UNIVERSITÉ D'ORLÉANS

École doctorale : Énergie - Matériaux - Sciences de la Terre et de l'Univers

Unité Info&Sols, INRAE

THÈSE présentée par :

Émile MAILLET

Soutenue le : **14 mai 2024**

pour obtenir le grade de : **Docteur de l'Université d'Orléans**

Discipline/Spécialité : science de l'Univers, science du sol

Exploration des relations entre la structure d'un sol cultivé, étudiée à deux échelles, et les émissions de protoxyde d'azote (N_2O)

THÈSE dirigée par :

Mme COUSIN Isabelle	Directrice de recherche, INRAE

RAPPORTEURS :

Mme WATTEAU Françoise	Ingénieure de recherche, LSE
M. LASSABATERE Laurent	Professeur, ENTPE

JURY :

M. GUIMBAUD Christophe	Professeur, LPC2E, *Président du jury*
Mme GROSSEL Agnès	Chargée de recherche, INRAE, *Co-encadrante*
Mme LACOSTE Marine	Chargée de recherche, INRAE, *Co-encadrante*
Mme GARNIER Patricia	Directrice de recherche, INRAE
M. NUNAN Naoise	Directeur de recherche, CNRS

Remerciements

La réalisation d'une thèse est une expérience collective, qui ne pourrait aboutir sans l'investissement, le soutien et la présence de nombreuses personnes. C'est pourquoi je souhaite remercier celles et ceux qui m'ont aidé à mener à bien ce projet :

À ma directrice de thèse Isabelle Cousin, ainsi qu'à mes encadrantes Agnès Grossel et Marine Lacoste. Isabelle, merci pour ton engagement et ton soutien tout au long de la thèse. Tes conseils, fruits de ta riche expérience scientifique et d'encadrement, ont été inspirants. Merci pour ton art de la synthèse, tes talents de relectrice et également pour ce cadre de travail favorable que tu as posé tout au long du projet (scientifique, relationnel, administratif, etc.), condition précieuse sinon indispensable au bon déroulement d'une thèse. Agnès, merci de m'avoir formé à la thématique des émissions de N_2O par les sols. Ton expertise dans le domaine et ton investissement ont abouti à de riches échanges, qui ont également nourri ma curiosité. Je n'oublierai pas non-plus ces belles conversations sur des thématiques environnementales plus vastes, ainsi que notre virée à Zürich chez les collègues d'Agroscope, et le travail que nous avons abattu au laboratoire avec Marlies. Marine, merci de m'avoir formé à la structure du sol et à la tomographie X. Depuis le premier cours sur la thématique en début de thèse jusqu'à la fin du projet, en passant par les dizaines d'heures à écrire et tester les scripts sur FIJI et les premiers résultats sur R, tu m'as soutenu avec patience et détermination, et ton énergie a été pour moi un moteur d'avancement. Chacune à votre façon, vous avez su m'orienter de manière attentive : merci pour cette longue implication.

J'adresse également mes remerciements aux rapporteurs qui ont accepté d'examiner ce travail, Françoise Watteau et Laurent Lassabatere, ainsi qu'aux examinateurs, Patricia Garnier, Christophe Guimbaud et Naoise Nunan. Vos retours et les échanges lors de la soutenance m'ont permis d'approfondir le sujet et d'aborder ce travail sous un angle nouveau.

Merci aux membres du comité de pilotage, Steffen Schlüter, Marc Fleury, Patricia Garnier et Christophe Guimbaud. Il en est ressorti de précieuses recommandations, notamment sur la nécessité de doser les matières organiques particulaires et la manière d'analyser les données.

À la région Centre-Val de Loire et au Labex VOLTAIRE, pour avoir financé la thèse.

À l'Association Française pour l'Étude des Sols, pour m'avoir financé et offert la possibilité de réaliser une intervention à la 22ème édition du WCSS à Glasgow grâce à la bourse Demolon.

À l'ensemble du personnel de l'unité Info&Sols, pour leur aide et leur implication au quotidien dans le projet. Mention spéciale aux personnes qui m'ont accompagné sur le terrain, au laboratoire ainsi que dans les démarches administratives : Christian Le-Lay, Catherine Pasquier, Adeline Besnault, Guillaume Giot, Stéphanie Guerrier, Fadhila Ramdani, Didier Laloua et Lionel Cottenot. Lionel, merci de t'être impliqué dans le traitement d'images.

Aux collègues suisses du laboratoire Agroscope, Johannes Koestel, Thomas Keller et Marlies Sommer, pour avoir mis à disposition leur matériel relatif à la mesure des transferts gazeux dans les sols.

Au collègues INRAE de la plateforme PIXANIM, François Lecompte et Frederic Elleboudt, pour leur patience lors de la réalisation des 198 images 3D de cylindres de sol obtenues par tomographie X.

À Laurent Arbaret et Philippe Penhoud travaillant à l'ISTO, pour leur disponibilité, ces deux mois de travail à scanner nos échantillons, les images acquises au MEB et la mise à disposition de ce puissant ordinateur de traitement d'images.

À Alessandro Tengattini travaillant à ILL, pour nous avoir aidé et suivi lors de cette expérience grenobloise atypique, à la croisée des chemins entre tomographie X et neutrons, au cœur d'une centrale nucléaire (dont l'accès était pour le moins fortement sécurisé. Petite pensée pour mon sac de randonnée « suspect » à l'entrée de la zone réglementée, ayant failli être détruit par les vigiles). Mes encadrantes, Lionel et moi-même se souviendront longtemps de ces « 48h de temps de faisceau alloué », impliquant… un travail de 48 heures d'affilée en se relayant, nuits comprises.

Aux enseignants-chercheurs de l'UMR Chrono-environnement. Merci de m'avoir formé et transmis certaines de vos passions respectives, avec en commun ce vif attrait pour le monde naturel. Merci notamment à Éric Lucot de m'avoir transmis un goût prononcé pour la science du sol, notamment lors des stages de sensibilisation à la cartographie dans les jolis paysages du massif du Jura.

À Ary Bruand et Yves Coquet, pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer des enseignements en science du sol.

À la société AnaStats, pour m'avoir formé au logiciel R et aux statistiques non-paramétriques.

Aux anciens doctorants Éva Rabot et Flavien Poinçot, qui m'ont précédé dans ce vaste sujet « N_2O & structure du sol ». Les discussions avec vous étaient toujours constructives.

Aux CDD INRAE pour ces beaux moments passés ensemble, petite famille joyeuse, chaleureuse et constamment renouvelée. À Maëlys Cadel, camarade de thèse intrépide avec qui j'ai partagé un bureau, de riches conversations, et cette expérience intense et particulière qu'est le doctorat.

À mes amis rencontrés durant les études, désormais tous des professionnels consciencieux qui ont été présents jusqu'à la soutenance. À mes amis de longue date et à mes proches, ainsi qu'à toutes ces personnes formidables qui m'ont accompagné tout au long de cette expérience : un grand Merci.

Table des matières

Liste des figures IX

Liste des tableaux XV

Liste des abréviations XVII

Introduction générale 1

Chapitre 1 : état de l'art sur la production, le transfert et les émissions de N_2O en relation avec la structure du sol 3

Objectifs de l'état de l'art 5

1. Effet du N_2O sur le climat et la couche d'ozone 6

1.1. Concentration du N_2O dans l'atmosphère et bilan mondial 6

1.2. Le N_2O, un puissant gaz à effet de serre 8

1.3. Impact du N_2O sur la couche d'ozone stratosphérique 9

2. La production de N_2O dans les sols 9

2.1. Principe général 9

2.2. Les différents chemins de production biotiques et abiotiques du N_2O 11

2.3. La dénitrification 12

3. Localisation de la production du N_2O dans les sols : les différents types de hotspots 13

4. Transfert du N_2O depuis les microsites de production 16

5. Variabilité spatiotemporelle de la production, des transferts et des émissions de N_2O par les sols 18

6. Les facteurs environnementaux contrôlant la production, le transfert et les émissions de N_2O 20

6.1. Les facteurs distaux 20

6.2. Les facteurs proximaux 21

6.3. La place de la structure du sol parmi les autres facteurs 29

7. Structure du sol et son influence sur la production et les transferts de N_2O 29

7.1. Structure du sol : concept général 29

7.2. Quelques typologies existantes de la structure du sol 31

7.3. Les transferts gazeux, proxys de l'état structural du sol 34

7.4. Contrôle de la structure du sol sur la production et les transferts du N_2O 35

8. Objectifs, démarche et questions de recherche 40

Chapitre 2 : présentation du site, des objets d'étude et des méthodes d'analyse statistique 43

1. Description de la zone d'étude 45
1.1. Présentation de l'Observatoire Spatialisé Orléanais des Sols (OS²) 45
1.2. Climat et météorologie 46
1.2.1. Climat de la zone d'étude 46
1.2.2. Météorologie de la zone d'étude avant et pendant la campagne de terrain 46
1.3. Lithologie affleurante 49
1.4. Pédologie 50
1.4.1. Typologie des sols rencontrés sur le site OS² 50
1.4.2. Pédologie de la zone d'étude 51
1.4.3. Caractéristiques physico-chimiques de l'horizon superficiel de la parcelle 52
2. Campagne de terrain 53
2.1. Objectif de la campagne de terrain 53
2.2. Préparation de la parcelle étudiée en vue de la campagne de terrain 53
2.3. Mesures spatialisées des émissions de N_2O durant la campagne de terrain 54
2.4. Stratification des prélèvements de sol au sein des placettes d'intérêt 56
2.5. Prélèvement de sol sur les placettes d'intérêt 58
2.6. Méthodes de mesure des facteurs proximaux analysés 59
3. Expérimentation en laboratoire 63
3.1. Objectifs et démarche 63
3.2. Phasage de l'expérimentation 63
4. Représentations graphiques et traitements statistiques 66
4.1. Statistiques descriptives 67
4.2. Statistiques inférentielles 69
4.3. Diagrammes radar 70
5. Résultats préliminaires : facteurs proximaux mesurés au sein des quatre modalités de travail du sol 71
Chapitre 3 : étude des émissions de N_2O observées à la parcelle et en laboratoire 75
1. Objectifs 77
2. Méthode de mesure des émissions de N_2O à la parcelle et en laboratoire 77
2.1. Mesure des émissions de N_2O à la parcelle 77
2.2. Analyse du N_2O et du CO_2 : mesure par spectrométrie à infrarouge 78

2.3. Mesure du N_2O à la parcelle : variabilité spatiale des émissions et dimensionnement de la chambre atmosphérique 80

2.4. Quand mesurer les émissions de N_2O à la parcelle sur OS² ? 81

2.5. Mise en œuvre du SPIRIT durant la campagne de terrain 81

2.6. Traitement numérique des émissions de N_2O 82

3. Étude des flux de N_2O mesurés à la parcelle au sein des quatre modalités de travail du sol 87

3.1. Représentation graphique des flux de N_2O mesurés à la parcelle 87

3.1.1. Flux de N_2O mesurés sur l'ensemble des placettes (n = 80) 87

3.1.2. Flux de N_2O mesurés dans les deux groupes de modalité : strip till/labour et tassé/non-tassé (n = 40) 89

3.1.3. Flux de N_2O mesurés dans les quatre modalités de travail du sol (n = 20 : labour non-tassé, labour tassé, strip till non-tassé & strip till tassé) 91

3.2. Discussion : les flux de N_2O semblent contrôlés par la manière de travailler le sol 93

4. Influence des facteurs proximaux analysés sur les flux de N_2O mesurés à la parcelle 96

4.1. Relations entre flux de N_2O et facteurs proximaux 98

4.2. Pour les facteurs proximaux les plus pertinents, comparaison entre les placettes de sol à émissions faibles & fortes 100

4.3. Analyse des relations deux à deux entre les facteurs proximaux et les émissions de N_2O 101

4.4. Discussion : certains facteurs proximaux semblent contrôler l'intensité des flux de N_2O au sein des placettes d'intérêt 102

5. Comparaison entre les flux de N_2O mesurés sur le terrain et en laboratoire 105

5.1. Représentations graphiques des flux de N_2O mesurés sur le terrain et en laboratoire 106

5.2. Discussion : à l'échelle individuelle, pas de ressemblance entre les flux de N_2O mesurés à la parcelle et en laboratoire, mais la stratification par pratique agricole semble conservée 109

6. Synthèse du chapitre 3 111

Chapitre 4 : structure & propriétés fonctionnelles des sols étudiés 113

1. Objectifs 115

2. Méthodes d'acquisition des indicateurs structuraux et des paramètres de transfert gazeux 115

2.1. Objets d'étude 115

2.2. Imagerie 3D 117

2.2.1. Principe de l'imagerie 3D par tomographie à rayons X : application à la science du sol 117

2.2.2. Matériel utilisé pour l'acquisition des images 3D 118

2.2.3. Traitement des images 3D obtenues par tomographie X 119

2.2.4. Précisions à propos des opérations de débruitage 121

2.2.5. Représentation graphique des différentes phases de sol 122

2.2.6. Définition des indicateurs structuraux calculés sur les images 3D 123

2.3. Mesure des transferts gazeux 126

2.3.1. Perméabilité à l'air 127

2.3.2. Diffusivité relative 128

2.4. Mesure de la masse volumique 129

2.5. Mesure de la porosité totale 129

3. Caractérisation de la structure au sein des quatre modalités de travail du sol 129

3.1. Description qualitative de la morphologie de la structure du sol 129

3.2. Porosité du sol et matières organiques particulaires (POM) 134

3.3. Caractérisation quantitative de la structure par des indices globaux 136

3.4. Distribution de la taille des pores 139

3.5. Caractérisation quantitative de la structure du sol par des indicateurs structuraux 141

4. Discussion 143

4.1. La structure du sol de l'horizon superficiel est contrastée entre les modalités de travail du sol 143

4.2. Difficultés de seuillage de la matière organique 145

4.3. Durant l'expérimentation en laboratoire, la macroporosité du sol a diminué en l'espace de 24h suite à l'apport d'eau fertilisée 147

5. Synthèse du chapitre 4 148

Chapitre 5 : étude des relations entre les émissions de N_2O, la structure du sol et les autres facteurs proximaux 149

1. Objectifs 151

2. Influence des paramètres décrivant la structure du sol sur les flux de N_2O mesurés à la parcelle 151

2.1. Représentation graphique globale du jeu de données 152

2.2. Relations entre les flux de N_2O et l'ensemble des facteurs analysés 155

2.3. Distribution de la taille des pores en lien avec les placettes à émissions faibles et fortes 157

2.4. Comparaison des paramètres décrivant la structure du sol au sein des placettes à émissions faibles et fortes 158

2.5. Analyse des relations deux à deux entre les paramètres décrivant la structure du sol et les flux de N_2O mesurés à la parcelle : mise en évidence d'effets seuil 161

2.6. Synthèse générale de l'ensemble des liens observés entre les émissions de N_2O, les paramètres décrivant la structure du sol et les facteurs proximaux les plus pertinents ..163

2.7. Discussion 165

2.7.1. Lien entre chaque facteur analysé décrivant la structure du sol et les émissions de N_2O mesurées sur le terrain : comparaison des ordres de grandeur avec la littérature 165

2.7.2. Hypothèse sur le processus : schéma conceptuel..... 168

2.7.3. Dans quelle mesure la structure du sol influence-t-elle la variabilité spatiale intraparcellaire des émissions ? 170

2.7.4. Quel paramètre décrivant la structure du sol est le plus pertinent pour décrire la variabilité spatiale des émissions de N_2O ? 172

3. Lien entre les émissions de N_2O et la structure du sol observées en laboratoire, 24h après apport d'eau fertilisée 178

3.1. Relations entre les flux de N_2O et les indicateurs structuraux calculés 24h après apport d'eau fertilisée 179

3.2. Stratification du jeu de données acquis en laboratoire en fonction des émissions de N_2O faibles ou fortes émanant des cylindres de sol 181

3.3. Concernant les indicateurs structuraux, y a-t-il des valeurs seuils observées en laboratoire en dessous desquelles les flux de N_2O sont forts ? 182

3.4. Répartition, suivant la profondeur, de la macroporosité et des POM détectées par imagerie dans les cylindres de sol 24h après fertilisation..... 184

3.5. Discussion 190

3.5.1. Relations entre les flux de N_2O et les indicateurs structuraux calculés 24h après apport d'eau fertilisée 190

3.5.2. Causes potentielles de l'écart aux relations attendues entre les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux 191

3.5.3. Étude spécifique de l'indice $Id_{POM\text{-}air}$ 192

3.5.4. Perspectives pour des expérimentations en conditions contrôlées 194

4. Synthèse du chapitre 5 194

Conclusion générale 197

1. Objectif de la thèse et hypothèses de travail 199
2. Moyens mis en œuvre 199
3. Principaux acquis de la thèse 200
3.1. Lien entre structure du sol et émissions de N_2O mesurées à la parcelle 200
3.2. Lien entre structure du sol et émissions de N_2O en conditions contrôlées après un apport d'eau simulant une pluie concentrée en fertilisant azoté 202
4. Perspectives 203
Bibliographie 207
Annexes 235

Liste des figures

Figure 1 : Bilan mondial des sources et puits de N_2O, déterminé sur la période 2010-2019 (flux de N_2O mesurés en Tg N-N_2O/an) (Tian et al., 2023). Environ 55 % des émissions de N_2O d'origine anthropique sont dues à l'agriculture. 6

Figure 2 : Émissions de N_2O par les sols cultivés et les autres écosystèmes, entre 1860 et 2016 (a) (Tian et al., 2019) ; carte mondiale des émissions de N_2O induites par la fertilisation de synthèse des sols cultivés (moyenne de la période 2006-2015) (b) (Guenet et al., 2021). 7

Figure 3 : La molécule de N_2O génère deux effets environnementaux délétères. Le N_2O est à la fois un gaz à effet de serre (GES) lorsqu'il est localisé dans la troposphère, et une substance réagissant indirectement avec l'ozone stratosphérique lorsqu'il atteint la stratosphère (*Ozone Depleting Substance*, ODS) (Crutzen, 1970, 1971; Ravishankara et al., 2009), ce qui a pour effet de diminuer l'épaisseur de la couche d'ozone (figure issue de Wuebbles, 2009). 8

Figure 4 : Cycle de l'azote simplifié, focalisé sur la production du protoxyde d'azote (modifié d'après Baggs, 2011; Zhang et al., 2015). La dénitrification est considérée comme l'un des chemins métaboliques générant le plus de N_2O (Giles et al., 2012; Knowles, 1982; Philippot et al., 2007; Robertson & Groffman, 2015). 12

Figure 5 : Figure tirée de Schlüter et al. (2018). Afin de simuler un hotspot, les auteurs ont inoculé des agrégats artificiels de plusieurs tailles avec une souche bactérienne nommée *Agrobacterium tumefaciens*, qui ne possède pas le gène nécessaire à la synthèse de la N_2O réductase. En parallèle, des matières carbonées dissoutes (succinate) et du KNO_3 ont également été ajoutés au sein des agrégats. Une incubation des agrégats a été réalisée à différentes concentrations en oxygène, et la dynamique des concentrations d'O_2, de CO_2, de NO et de N_2O a été monitorée. 15

Figure 6 : Modèle conceptuel représentant les échanges d'O_2, de CO_2, de N_2O et de N_2, dans l'espace poreux du sol et au sein des agrégats (figure tirée de Ball, 2013). 16

Figure 7 : Figure tirée de Rohe et al. (2021). Lorsque le réseau poreux du sol est connecté à l'atmosphère (en rouge), l'oxygène y circule par diffusion sous forme gazeuse, induisant une respiration aérobie des communautés microbiennes en place. En revanche lorsque l'air contenu dans l'espace poreux est isolé de l'atmosphère (en rose), l'O_2 contenu dans la porosité à l'air piégée sera progressivement consommé, jusqu'à ce que sa pression partielle soit trop faible pour que les microorganismes puissent continuer une respiration aérobie. Une activité anaérobie (1) se mettra alors en place (avec la présence d'une zone de transition en 2), induisant des conditions favorables à la dénitrification et à la production de N_2O. Si les conditions sont réunies (anoxie franche, organismes dénitrifiants en place et capables de catalyser la N_2O réductase, etc.), le N_2O produit pourra être réduit en N_2 (3). 18

Figure 8 : Figure tirée de Li (2007). Dans les sols les émissions de GES, dont le N_2O, sont régulées par l'activité microbienne. L'activité microbienne est contrôlée par le potentiel redox, la disponibilité des matières organiques à minéraliser donneuses d'électrons et de la disponibilité des accepteurs d'électrons. 24

Figure 9 : Figure tirée de Rabot (2014), adaptée de Linn & Doran (1984). Relation entre le WFPS (%), l'activité bactérienne relative de nitrification et de dénitrification, et la consommation d'O_2 & la production de CO_2. Lorsque le WFPS du sol est situé entre 10 % et 60 %, la consommation d'O_2 augmente avec la production de CO_2, marqueurs de l'activité de respiration aérobie induite par les microorganismes nitrifiants. Lorsque le WFPS dépasse 60 %, l'augmentation de la teneur en eau isole progressivement l'espace poreux rempli d'air de l'atmosphère, causant un ennoiement : la pression partielle en O_2 chute en raison de sa consommation par les nitrifiants dans les pores isolés, de même que l'activité bactérienne nitrifiante. En parallèle, les bactéries dénitrifiantes prolifèrent, jusqu'à saturation totale de l'espace poreux du sol (WFPS = 100 %). 25

Figure 10 : Modèle conceptuel de la structure d'un sol (figure tirée de Vogel et al., 2022). La matrice du sol présentée est un mélange organo-minéral constitué de très petites roches comme des grains de quartz (a) (nommé le « squelette » du sol, car stable et peu réactif, Baize et al., 2013), d'argiles minéralogiques (b), de

revêtements organiques à la surface des minéraux (c), d'hyphes mycéliens (d) souvent associés à la rhizosphère et ses cortèges bactériens associés (f), des matières organiques particulaires amorphes (e) ou bien sous forme tissulaire (g), et enfin une galerie de vers de terre comblée par des turricules (h). 30

Figure 11 : Historique de l'étude de la structure du sol (figure tirée de Vogel et al., 2022). L'étude de la phase solide du sol apparaît en orange, et l'étude de l'espace poreux apparaît en bleu. Les couleurs claires indiquent le fait que les études sont qualitatives, et les couleur plus sombres indiquent le caractère quantitatif des études menées. 31

Figure 12 : Classification de la structure du sol, adoptée comme cadre de référence dans ce travail de thèse (figure modifiée d'après Cameron & Buchan, 2006). Les archaeas ne figuraient initialement pas dans la classification et ont été rajoutées (comme les bactéries, la taille des archaeas couramment rencontrées dans le sol s'échelonnent généralement entre 5 µm et 0.2 µm, Portillo et al., 2013). 34

Figure 13 : Figure tirée de Kim et al. (2022). Modèle conceptuel représentant deux sols différents contenant des résidus végétaux en décomposition (hotspots potentiels) ; les deux sols ont été équilibrés aux mêmes WFPS. Le premier (à gauche) est dominé par des pores appartenant à la mésoporosité et à la macroporosité (> 30 µm), le second (à droite) est dominé par des pores appartenant à la microporosité (< 10 µm). 38

Figure 14 : Figure modifiée d'après Pulido-Moncada et al. (2022). Modèle conceptuel illustrant les principaux facteurs environnementaux influençant la production et les transferts de N_2O dans le sol, en relation avec le tassement éventuel du sol à différentes profondeurs. 40

Figure 15 : Plan de la thèse : objectifs, démarche & questions de recherche. 42

Figure 16 : Localisation de l'Observatoire Spatialisé Orléanais des Sols (OS^2). 45

Figure 17 : Diagramme ombrothermique caractéristique du climat de la zone d'étude, réalisé grâce aux valeurs des précipitations mensuelles (bleu foncé) et des températures mensuelles minimums (bleu ciel), moyennes (vert) et maximums (rouge). Les valeurs mensuelles ont été moyennées de 1990 à 2021, afin d'être représentatives du climat de la zone. L'ensemble des valeurs provient de la station météorologique de la commune de Champhol (base de données INRAE *Climatik*, 2023, dernier accès le 04/10/2023). 46

Figure 18 : Dynamique des températures instantanées horaires (°C) et des précipitations horaires (mm), mesurées du 01 au 20/05/2021. L'ensemble des valeurs provient de la station météorologique de la commune de Champhol (base de données INRAE *Climatik*, 2023, dernier accès le 04/10/2023). 47

Figure 19 : Dynamique des températures instantanées horaires (°C) et des précipitations horaires (mm) mesurées lors de la phase de terrain du 18, 19 et 20/05/2021. L'ensemble des valeurs provient de la station météorologique de la commune de Champhol (base de données INRAE *Climatik*, 2023, dernier accès le 04/10/2023). 48

Figure 20 : Carte géologique simplifiée de la parcelle étudiée et ses alentours. La couverture pédologique de la parcelle étudiée est développée sur la formation géologique imperméable des Argiles à silex ($e_{1\text{-}4}$). 50

Figure 21 : Carte pédologique de l'Observatoire Spatialisé Orléanais des Sols (OS^2). La typologie du sol de la parcelle étudiée correspond au *Luvisol typique rédoxique de Beauce Chartraine* 51

Figure 22 : Présentation schématique de la parcelle cultivée étudiée. Une pente douce de 1 % vers le sud caractérise la topographie de la zone (Géoportail, 2023). 54

Figure 23 : Mesures spatialisées des émissions de N_2O durant la campagne de terrain. Sur la même typologie de sol, les émissions de N_2O ont été mesurées de manière systématique (grille de 3 m par 3 m) respectivement sur une bande de sol labourée (non-tassée), et sur une bande de sol travaillée en strip till (non-tassée). Les émissions de N_2O ont également été mesurées sur les traces de passage d'engins agricoles avec un espacement de 3 m entre chaque mesure (échelle non-respectée sur la figure ci-dessus). Au total, les émissions de N_2O ont été mesurées sur 80 placettes, durant les journées du 18/05/2021 et du 19/05/2021. 55

Figure 24 : Parmi les valeurs de flux de N_2O situées respectivement sous le premier quartile et au-dessus du troisième quartile, tirage aléatoire de 3 placettes à émissions faibles et 3 placettes à émissions fortes. Au total,

24 valeurs de flux de N_2O ont été tirées au sort dans l'ensemble des quatre modalités de travail du sol. Cela représente 24 placettes dont le sol est à prélever. 57

Figure 25 : Choix des 24 placettes d'intérêt à émissions de N_2O contrastées dont le sol est à prélever, situées à l'emplacement précis des mesures de N_2O réalisées à la fast box. 57

Figure 26 : Schéma récapitulatif des différents types de prélèvements de sol (cylindres de sol + sol en vrac), réalisés à l'emplacement précis des placettes d'intérêt où les émissions de N_2O étaient contrastées. Le diamètre des cylindres, indiqué en mm, correspond au diamètre externe. Les cylindres destinés à être scannés à PIXANIM et à l'ISTO sont en PVC, et les cylindres destinés à mesurer les transferts gazeux sont en inox (des cylindres HYPROP ont également été échantillonnés, mais la conductivité hydraulique n'a finalement pas été mesurée). 59

Figure 27 : Exemple d'un cylindre de sol monté sur un dispositif en PVC, prêt à recevoir un apport d'eau fertilisée au KNO_3. La plaque en PVC percée de trous circulaires est située sous le cylindre (non-visible sur cette photo). Deux microtensiomètres ont été installés dans ce cylindre, après application et séchage du silicone. 64

Figure 28 : Dispositif permettant de générer une pluie artificielle (sans apport d'énergie cinétique aux gouttes d'eau), grâce à une série de 27 aiguilles hypodermiques de 0.6 mm de diamètre × 30 mm de hauteur disposées à intervalle régulier. Le réservoir d'eau (invisible sur cette photo), situé au-dessus de la série d'aiguilles, est toujours rempli avec la même quantité d'eau fertilisée (600 ml d'eau milli-Q avec 4.15 g de KNO_3), afin que chaque cylindre reçoive la même quantité d'eau et d'azote. 65

Figure 29 : a) Exemple d'embase de chambre atmosphérique posée sur un cylindre de sol, et dont le contact avec le pourtour du haut du cylindre a été étanchéifié au silicone (non-visible sur cette photo). b) exemple de chambre atmosphérique posée sur l'embase, en vue d'une incubation au spectromètre à infrarouge. 66

Figure 30 : Comparaison des facteurs proximaux analysés sur les 24 placettes d'intérêt, selon les quatre modalités de travail du sol étudiées. Le test de Kruskal & Wallis a été réalisé pour chaque facteur proximal. Lorsqu'une différence statistique était déterminée, un test de puissance puis une comparaison deux à deux ont été réalisés. 73

Figure 31: Schéma du banc optique du SPIRIT (modifié d'après Guimbaud et al., 2011). 79

Figure 32: Vue schématique du SPIRIT (à gauche) et du SPIRIT en fonctionnement (à droite). 79

Figure 33 : Photos du dispositif de mesure des flux de N_2O et de CO_2 durant la campagne de terrain. 82

Figure 34 : Exemple d'une série d'accumulations de N_2O, CO_2 et vapeur d'eau, acquises durant la campagne de terrain avec la fast box connectée au SPIRIT. 83

Figure 35 : Exemple d'accumulation linéaire. Le modèle de régression linéaire (droite noire) et le modèle de régression de Hutchinson & Mosier (1981) (droite rouge) se confondent avec la courbe des points de mesure (en bleu). Le modèle de régression linéaire peut par conséquent être utilisé pour calculer le flux de N_2O. 84

Figure 36 : Exemple d'accumulation non-linéaire du N_2O. Le modèle de régression de Hutchinson et Mosier, ici représenté par la courbe rouge, donne un bon ajustement avec la courbe des points de mesure (en bleu), permettant ainsi un meilleur calcul de flux de N_2O qu'avec le modèle de régression linéaire classique, ici la courbe noire. En l'occurrence, l'accumulation non-linéaire présentée dans cette figure est typique d'une fuite dans la chambre atmosphérique (accumulation réalisée au cours de la campagne de terrain). 85

Figure 37 : Distribution de l'ensemble des émissions de N_2O mesurées durant la campagne de terrain (18 et 19 mai 2021). Les coefficients d'aplatissement (kurtosis), de symétrie (skewness) et la médiane ont été calculés, et la normalité de la distribution a été testée (test de Shapiro-Wilk). 88

Figure 38 : : Distribution de l'ensemble des émissions de N_2O mesurées durant la campagne de terrain, transformées en $\log_{10}$. 88

Figure 39 : Distribution des émissions de N_2O mesurées dans la zone travaillée en strip till (n = 40) et dans la zone travaillée en labour (n = 40) (a), dans la zone tassée par le passage d'engin (n = 40) et dans la zone non-tassée (n = 40) (b). 89

Figure 40 : Somme cumulée des émissions de N_2O acquises durant la campagne de terrain du 18 et 19 mai 2021. Le N_2O a été mesuré dans la zone travaillée en strip till (n = 40), dans la zone travaillée en labour (n = 40), dans la zone tassée par le passage d'engin (n = 40) et dans la zone non-tassée (n = 40). 90

Figure 41 : Projection des émissions de N_2O, mesurées en a) dans la zone en strip till et la zone labourée, et en b) dans la zone tassée et la zone non-tassée. Des tests de Wilcoxon Mann-Whitney ont été effectués dans les situations a) et b). 91

Figure 42 : Au sein des quatre modalités de travail du sol (*strip till tassé, strip till non-tassé, labour tassé, labour non-tassé*), histogrammes des émissions de N_2O mesurées, triées par ordre croissant (n = 20 pour chacune des quatre modalités). 92

Figure 43 : Raincloud des émissions de N_2O mesurées sur les quatre modalités de travail du sol. 92

Figure 44 : Stratification des valeurs de flux de N_2O mesurées sur le terrain, selon les modalités *placettes à émissions faibles* et *placettes à émissions fortes.* La valeur seuil fixée entre les deux modalités est de 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$. 97

Figure 45 : ACP : projection des variables des facteurs proximaux les plus pertinents sur le cercle des corrélations (les deux premiers plans factoriels sont analysés). 99

Figure 46 : Matrice de corrélation de Spearman décrivant les relations entre les facteurs proximaux présentés dans le Tableau 8 et le Tableau 9 (n = 24). Seules les relations significatives sont représentées. 100

Figure 47 : Comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). (a) WFPS ; (b) température du sol ; (c) concentration en nitrates. Le test de Mann-Whitney a été réalisé, et une différence significative a été détectée entre les deux échantillons pour le WFPS et la température du sol. 101

Figure 48 : Nuages de points décrivant en a) le WFPS, en b) la température du sol et en c) la concentration en NO_3^- en fonction des émissions de N_2O mesurées sur le terrain. 102

Figure 49 : Valeurs de température du sol mesurées sur chacune des placettes d'intérêt : les heures de mesure sont affichées à côté de chaque point de mesure. 103

Figure 50 : Nuages de points des flux de N_2O mesurés respectivement durant la campagne de terrain sur les 24 placettes d'intérêt, et au laboratoire sur les cylindres de sol prélevés au sein des placettes d'intérêt, 24h après apport d'eau fertilisée. La stratification *placettes à émissions faibles* et *placettes à émissions fortes* ne s'applique que pour les flux de N_2O mesurés sur le terrain (axe des ordonnés). 107

Figure 51 : Histogrammes des flux de N_2O mesurés durant la campagne de terrain sur les 24 placettes d'intérêt (a), et au laboratoire sur les cylindres de sol 24h après apport d'eau fertilisée (b). 108

Figure 52 : Boxplots des flux de N_2O mesurés sur les 24 placettes d'intérêt lors de la campagne de terrain (a, c), et en laboratoire 24h après apport d'eau fertilisée (b, d). Les boxplots a) et b) présentent la stratification selon la pratique agricole (*strip till* et *labour*). Les boxplots c) et d) présentent la stratification selon la pratique agricole et le degré de tassement (*strip till tassé*, *strip till non-tassé*, *labour tassé*, *labour non-tassé*). 109

Figure 53 : À gauche, tomographe à rayons X utilisé à l'ISTO ; à droite, tomographe X utilisé à la plateforme PIXANIM. 118

Figure 54 : Procédure de traitement des images 3D acquises à l'ISTO et à la plateforme PIXANIM. 120

Figure 55 : Exemple de 4 phases de sol mises en forme avec le logiciel VGStudio MAX®. La porosité est en gris (a), la matrice de sol est en brun (b), les POM sont en bleu (c) et les cailloux sont en jaune (d). 122

Figure 56 : Perméamètre à l'air utilisé à Agroscope. Le haut du cylindre de sol est fixé au perméamètre au moyen d'une embase métallique munie d'un joint torique pour rendre le système étanche, connectée à un tuyau

d'arrivée d'air. De l'air est envoyé sous pression dans le tuyau. L'opérateur doit par la suite précisément régler la différence de pression de l'air à une valeur de 2 hPa, puis enregistrer la valeur de débit volumétrique (en $l.min^{-1}$) mesurée à l'instant t. Enfin, la perméabilité à l'air K_a a été calculée grâce à l'équation de Darcy, en utilisant la valeur de débit volumétrique *Q* mesurée. 127

Figure 57 : À gauche : schéma d'une chambre de diffusion équipée d'un capteur de concentration en O_2 (schéma modifié d'après Schjønning et al., 2013). À droite : banc de mesure de la diffusivité relative utilisé à Agroscope. 128

Figure 58 : Coupes 2D de la macrostructure du sol de quatre cylindres échantillonnés dans les quatre modalités de travail du sol étudiées, représentatifs de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain. Les cylindres de sol ont été scannés à la plateforme PIXANIM, à 290 µm de résolution. La porosité est en gris, la matrice de sol est en brun, les POM sont en bleu et les cailloux sont en jaune. 131

Figure 59 : Coupes 2D de la méso et de la macrostructure du sol de quatre cylindres échantillonnés dans les quatre modalités de travail du sol étudiées, représentatifs de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain. Les cylindres de sol ont été scannés à l'ISTO, à 15 µm de résolution. La porosité est en gris, la matrice de sol est en brun, les POM sont en bleu et les cailloux sont en jaune. 132

Figure 60 : Coupes 2D de la macrostructure du sol de quatre cylindres échantillonnés dans les quatre modalités de travail du sol étudiées, représentatifs de la structure du sol observée en laboratoire 24h après apport d'eau fertilisée. Les cylindres de sol ont été scannés à la plateforme PIXANIM, à 290 µm de résolution. La porosité est en gris, la matrice de sol est en brun, les POM sont en bleu et les cailloux sont en jaune. 133

Figure 61 : Distribution de la macroporosité (a, c), mésoporosité (b) et des POM (d, e) estimées par imagerie (terrain et laboratoire). Des tests de Kruskal & Wallis ont été réalisés. Les différences sont significatives en a), b) et c) (puissance vérifiée pour chaque test, tests de comparaisons multiples effectués). 136

Figure 62 : Distribution de la perméabilité à l'air (a), diffusivité relative (b), masse volumique (c) et porosité totale (d), caractérisant la structure du sol observée lors de la campagne de terrain. En e) et f), relations deux à deux entre la perméabilité à l'air, la diffusivité relative et la porosité totale. 138

Figure 63 : Pour les quatre modalités de travail du sol, distribution de la taille des pores de la mésostructure (a) et la macrostructure (b) du sol lors de la campagne de terrain, et de la macrostructure du sol lors de l'expérimentation en laboratoire (c). Concernant l'échelle des ordonnées des graphiques, le volume de la porosité et de la ROI sont en mm^3. L'histogramme est construit grâce aux médianes, et les barres d'erreurs représentent les valeurs minimums et maximums. 140

Figure 64 : Distribution des surfaces spécifiques et des densités d'Euler aux deux échelles d'étude, caractérisant la structure du sol observée lors de la campagne de terrain et la phase de laboratoire. 143

Figure 65 : Exemple d'incertitude de segmentation des POM. En a), ce qui semble être de la matière organique sur l'image brute a été identifié comme tel, et la matière organique se retrouve correctement segmentée sur l'image binarisée. En b), l'objet qui semble être de la matière organique sur l'image brute n'a pas été correctement identifié : seuls les contours de l'objet ont été classés dans la catégorie des matières organiques sur l'image binarisée. 145

Figure 66 : Comparaison entre les matières organiques particulaires triées en laboratoire ($g.kg^{-1}$) et le volume de matières organiques particulaires issu de la segmentation d'images 3D (%), sur les images 3D caractérisant la structure du sol du terrain à 15 µm de résolution (a) et à 290 µm de résolution (b). 146

Figure 67 : Parmi les 24 placettes d'intérêt, projection sous forme de diagramme radar de l'intégralité des facteurs environnementaux étudiés (a) sur les 6 placettes à émissions de N_2O les plus *faibles*, et (b) sur les 6 placettes à émissions de N_2O les plus *fortes*. Chacun des facteurs a été normalisé de 0 à 1 (avec n = 24), afin de pouvoir être projeté sur un seul et même plan. Pour chaque facteur, le profil de la placette d'intérêt en question peut ainsi être comparé au profil moyen calculé pour l'ensemble du jeu de données, matérialisé par la zone grise. 154

Figure 68 : ACP : projection de l'ensemble des facteurs environnementaux analysés (facteurs proximaux, indicateurs structuraux et paramètres de transfert gazeux) sur le cercle des corrélations, dont les vecteurs étaient suffisamment proches du cercle des corrélations. Les deux premiers plans factoriels sont analysés. 155

Figure 69 : Matrice de corrélation de Spearman (n = 24) décrivant les relations entre les émissions de N_2O mesurées sur le terrain et l'ensemble des facteurs environnementaux analysés. Les unités de chaque variable sont disponibles dans le Tableau 8 du chapitre 3 et dans le Tableau 21 du chapitre 5. Les POM mesurées en % représentent le volume calculé par imagerie des matières organiques particulaires, représentatif de la macrostructure (290 µm) lors de la campagne de terrain. Les POM exprimées en $g.kg^{-1}$ ont été mesurées par le laboratoire SADEF. 157

Figure 70 : Pour les placettes à émissions faibles et fortes, distribution de la taille des pores de la mésostructure (a) et la macrostructure (b) du sol lors de la campagne de terrain. Concernant l'échelle des ordonnées des graphiques, le volume de la porosité et de la ROI sont en mm^3. L'histogramme est construit grâce aux médianes, et les barres d'erreurs représentent les valeurs minimums et maximums. 158

Figure 71 : Pour l'ensemble des paramètres décrivant la structure du sol, comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). Le test de Mann-Whitney a été réalisé, et une différence significative a été détectée entre les deux échantillons dans la plupart des cas (excepté pour la connectivité macro (f), ainsi que l'indice $Id_{POM\ air}$ à l'échelle micro (g). 160

Figure 72 : Pour les 24 placettes d'intérêt, nuages de points décrivant l'ensemble des paramètres décrivant la structure du sol, en fonction des émissions de N_2O mesurées lors de la campagne de terrain. 162

Figure 73 : Comparaison entre deux profils types d'horizons superficiels rencontrés sur le terrain, en relation avec les émissions de N_2O observées sur les placettes à émissions faibles ou fortes. Le schéma conceptuel a été construit grâce aux données synthétisées dans le Tableau 24. Les informations présentées doivent par conséquent être replacées dans un contexte pédoclimatique, de pic d'émissions printanier et de fertilisation particulier. L'ensemble des conditions listées à côté des deux profils ne sont pas systématiquement remplies pour chacune des placettes d'intérêt. Il est à noter que la connectivité n'est pas prise en compte dans la réalisation du schéma conceptuel, en raison de la tendance contradictoire observée entre les valeurs de densité d'Euler à la résolution de 15 µm et 290 µm (Figure 72). 170

Figure 74 : Utilisation du modèle de régression de Balaine et al. (2016), avec en a) les flux de N_2O (en log_{10}) prédits en fonction des flux de N_2O (en log_{10}) observés sur le terrain, et en b) les flux de N_2O prédits (non transformés) en fonction des flux de N_2O observés sur le terrain. 176

Figure 75 : Matrice de corrélation de Spearman (n = 24) décrivant les relations entre les émissions de N_2O, les indicateurs structuraux mesurés en laboratoire et le volume des POM calculé par imagerie, 24h après apport d'eau fertilisée (résolution des images 3D = 290 µm). 179

Figure 76 : Histogrammes des émissions de N_2O classées par ordre croissant (a), de la macroporosité (b), de la surface spécifique de la macroporosité (c), de la densité d'Euler (d) et de l'indice $Id_{POM\text{-}air}$ (e). L'ensemble des variables ont été mesurées sur les cylindres de sol 24h après apport d'eau fertilisée, à 290 µm de résolution. 180

Figure 77 : Stratification des émissions de N_2O mesurées 24h après fertilisation des cylindres de sol en laboratoire, avec un seuil fixé à 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$. 181

Figure 78 : Comparaison des indicateurs structuraux calculés sur les cylindres à émissions faibles (n = 14) et fortes (n = 10), 24h après apport d'eau fertilisée sur les cylindres de sol en laboratoire (290 µm de résolution). Le test de Mann-Whitney a été réalisé, aucune différence significative n'a été détectée. 182

Figure 79 : Nuages de points liant les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux analysés respectivement sur le terrain (graphiques a, c, e et g) et en laboratoire (graphiques b, d, f et h). 183

Figure 80 : Variation du volume de la macroporosité et des POM (%) en fonction de la profondeur des cylindres de sol. Le volume de vide (macroporosité) et le volume de POM ont été calculés sur les images 3D obtenues 24h

après apport d'eau fertilisée. Le graphique caractérisant le volume de POM du cylindre Snt11 n'a pas la même échelle des abscisses que les autres graphiques. 189

Figure 81 : Relation hypothétique entre les flux de N_2O et les paramètres décrivant la structure du sol sous la forme d'une fonction non-monotone (courbe avec optimum). 190

Figure 82 : Relations entre l'indice *id* $_{POM\text{-}air}$ et la macroporosité (290 µm de résolution). Les indicateurs structuraux ont été respectivement calculés pour la situation caractéristique de la campagne de terrain (a), et l'expérimentation en laboratoire 24h après apport d'eau fertilisée (b). 193

Liste des tableaux

Tableau 1 : Valeurs de coefficients de diffusion moléculaire, calculées dans l'air et dans l'eau, de l'O_2 et du N_2O (diffusion moléculaire exprimée en $m^2.s^{-1}$). 17

Tableau 2 : Observations de terrain du sol développé sur la parcelle étudiée. 52

Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques de l'horizon superficiel du sol de la zone d'étude. Au total, 24 échantillons de sol en vrac ont été prélevés de 0 à 7 cm de profondeur. La méthodologie des prélèvements de sol est détaillée dans la suite de ce chapitre (paragraphe 2.5 : *Prélèvement de sol sur les placettes d'intérêt*)... 52

Tableau 4 : Synthèse du phasage de la campagne de terrain. 58

Tableau 5 : Synthèse des analyses des facteurs proximaux réalisées sur le sol des placettes échantillonnées au cours de la campagne de terrain. Tous les prélèvements de l'horizon superficiel du sol ont été effectués entre 0 et 7 cm de profondeur, excepté la température du sol mesurée entre 0 et 10 cm de profondeur. 61

Tableau 6 : Liste de l'ensemble des valeurs de flux de N_2O, acquis à la fast box, sur chacune des 80 placettes.. 87

Tableau 7 : Tableaux récapitulatifs des émissions de N_2O mesurées sur le terrain, sur les placettes à émissions « faibles » (< 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$, n =15, en vert) et sur les placettes à émissions « fortes » (> 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$, n =9, en rouge). 97

Tableau 8 : Statistiques descriptives des facteurs proximaux caractéristiques des 24 placettes d'intérêt échantillonnées lors de la campagne de terrain. 98

Tableau 9 : Valeurs brutes des facteurs proximaux analysés sur chacune des 24 placettes d'intérêt lors de la campagne de terrain. 98

Tableau 10 : Coordonnées des variables actives sur les deux premiers plans factoriels de l'ACP, valeurs propres et pourcentage de la variance totale. 99

Tableau 11 : Statistiques descriptives des flux de N_2O obtenus sur les 24 placettes d'intérêt, mesurés respectivement sur le terrain et en laboratoire 24h après apport d'eau fertilisée. 105

Tableau 12 : Valeurs brutes des flux de N_2O obtenus sur les 24 placettes d'intérêt, mesurés respectivement sur le terrain et en laboratoire. 106

Tableau 13 : Caractéristiques des différents cylindres de sol, prélevés sur les placettes d'intérêt et utilisés afin d'étudier la structure du sol. 116

Tableau 14 : Caractéristiques techniques des outils de tomographie X à l'ISTO et à la plateforme PIXANIM. ... 118

Tableau 15 : Statistiques descriptives de la mésoporosité et de la macroporosité calculées pour les quatre modalités de travail du sol, caractéristiques de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain et lors de la phase de laboratoire. 134

Tableau 16 : Pour chacune des 24 placettes d'intérêt, valeurs de la mésoporosité, de macroporosité et de POM estimées par imagerie, caractéristiques de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain et lors de la phase de laboratoire. 135

Tableau 17 : Statistiques descriptives de la masse volumique, perméabilité à l'air, diffusivité relative et porosité totale mesurées pour les quatre modalités de travail du sol, caractérisant la structure du sol lors de la campagne de terrain. 137

Tableau 18 : Pour chacune des 24 placettes d'intérêt, valeurs de masse volumique, perméabilité à l'air, diffusivité relative et porosité totale, caractérisant la structure du sol lors de la campagne de terrain. 137

Tableau 19 : Statistiques descriptives de la surface spécifique et de la densité d'Euler calculées pour les quatre modalités de travail du sol, caractérisant la structure du sol lors de la phase de terrain et de laboratoire. 141

Tableau 20 : Pour chacune des 24 placettes d'intérêt, valeurs de la surface spécifique et de la densité d'Euler, caractérisant la structure du sol lors de la campagne de terrain et lors de la phase de laboratoire. 142

Tableau 21 : Statistiques descriptives des indicateurs structuraux et des paramètres de transfert gazeux, caractéristiques de la structure du sol prélevée lors la campagne de terrain (n = 24). 151

Tableau 22 : Liste des valeurs brutes des indicateurs structuraux et des paramètres de transfert gazeux pour chacune des 24 placettes d'intérêt, caractéristiques de la structure du sol prélevée lors la campagne de terrain. 152

Tableau 23 : Coordonnées des variables actives sur les deux premiers plans factoriels de l'ACP, valeurs propres et pourcentage de la variance totale. 156

Tableau 24 : Tableau synthétique des résultats les plus pertinents, issus de la Figure 70, Figure 71, Figure 72, et de la Figure 47 et Figure 48 du chapitre 3. 164

Tableau 25 : Statistiques descriptives des indicateurs structuraux et du volume de POM calculés par imagerie, caractérisant la structure du sol 24h après apport d'eau fertilisée. 178

Tableau 26 : Indicateurs structuraux et volume de POM calculés par imagerie, caractérisant la structure du sol 24h après apport d'eau fertilisée. 178

Tableau 27 : Tableaux récapitulatifs des cylindres de sol dont les émissions de N_2O enregistrées étaient comprises en dessous de 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (à gauche, en jaune), et dont les émissions étaient situées au-dessus de 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (à droite, en bleu). 181

Liste des abréviations

ACP : Analyse en Composante Principale

AOA & AOB : *Ammonia Oxidation Archaea* et *Ammonia Oxidation Bacteria* : archaeas et bactéries impliquées dans la nitrification autotrophe (Zhang et al., 2021).

CEC effective (cmol+/kg) : Capacité d'Echange Cationique, mesurée au pH du sol (Baize, 2016).

CT scan : tomographe à rayon X

DP.D0 (sans unité) : diffusivité relative des gaz

DOC ($mg.L^{-1}$) : *Dissolved Organic Carbon* : carbone organique dissous dans la solution du sol.

DNRA : *Dissimilatory nitrate Reduction to Ammonia* : réduction des nitrates (NO_3^-) en ammonium (NH_4^+) (Conrad, 1996).

Eh : (volt) potentiel d'oxydo-réduction, ou potentiel redox.

GES : Gaz à Effet de Serre (H_2O, CO_2, CH_4, N_2O, etc.)

GWC (%) : *Gravimetric Water Content* : humidité massique ou pondérale du sol.

HU : *Hounsfield Unit*, soit l'unité Hounsfield, désignant le produit d'un calcul basé sur le coefficient d'atténuation des atomes lors de leur rencontre avec un rayonnement X. L'eau possède une valeur de 0 HU, et l'air de – 1000 HU (Hopmans et al., 1994).

Id $_{POM\text{-}Air}$ (µm) : mesure globale de la valeur moyenne des distances géodésiques, soit la distance mesurée dans un espace à trois dimensions, entre la surface de chaque matière organique particulaire détectée dans le cylindre de sol et l'espace poreux rempli d'air le plus proche (Ortega-Ramírez et al., 2023).

IPCC : *Intergovernemental Panel on Climate Change*, soit le GIEC (Groupement International de l'étude sur le Climat).

ISTO : Institut des Sciences de la Terre d'Orléans

K_a (μm^2) : perméabilité à l'air

M_v ($g.cm^{-3}$) : masse volumique du sol

Nr : *Reactive Nitrogen*. Forme d'azote réactive (NH_4^+, NO_3^-, NO_2^-, etc.)

NH_3 : ammoniac

NH_4^+ : ammonium

NH_2OH : hydroxylamine

NO_3^- : nitrates

NO_2^- : nitrites

NO : oxyde nitrique ou monoxyde d'azote

N_2O : protoxyde d'azote

N_2 : diazote

OS² : Observatoire Spatialisé Orléanais des Sols

ODS : *Ozone Depleting Substance* : substance chimique réagissant avec l'ozone stratosphérique (Ravishankara et al., 2009).

PIXANIM : Phénotypage par Imagerie *in* et *ex vivo* de l'Animal à la Molécule : plateforme d'imagerie par tomographie X (Nouzilly, 37).

POM : *Particulate Organic Matter* : matières organiques particulaires du sol. Les matières organiques particulaires sont supérieures à 50 µm (Besnard et al., 1996; Chenu et al., 2015).

ppm : partie par million

ppb : partie par milliard

RMQS : Réseau de Mesures de la Qualité des Sols en France, porté par le Groupement d'Intérêt Scientifique des sols (Gis Sol) (Arrouays et al., 2003).

ROI : *Region Of Interest* : région d'une image à laquelle on s'intéresse lors du traitement d'images grâce à un logiciel spécifique (exemple : FIJI).

WFPS (%) : *Water Filled Pore Space* : espace poreux du sol occupé par l'eau.

WRB : *World Reference Base for Soil Resources*. Classification typologique internationale des sols (IUSS Working Group WRB, 2022).

Introduction générale

Contexte et enjeux

Le protoxyde d'azote (N_2O) est à la fois un puissant gaz à effet de serre et une molécule nocive envers l'ozone stratosphérique. Comme le CO_2 et le CH_4, l'évolution de la concentration du N_2O dans l'atmosphère est exponentielle depuis la révolution industrielle, cet enrichissement atmosphérique contribuant aujourd'hui au dérèglement climatique.

Le N_2O est majoritairement produit de manière naturelle par les sols et les océans, puis détruit par photolyse dans la stratosphère, qui joue le rôle de puits planétaire principal. Les activités humaines génèrent environ un tiers des émissions mondiales annuelles de N_2O : la combustion de biomasse et d'énergies fossiles, la déforestation et le traitement de l'eau contribuent à un peu moins de la moitié de la production de N_2O anthropique, le reste étant produit par les activités agricoles. L'épandage de fertilisants azotés de synthèse ou d'amendements organiques est considéré comme la principale source de N_2O. Il est donc aujourd'hui important de mieux comprendre le déterminisme des flux de N_2O émis en contexte agricole, de manière à proposer *in fine* des solutions d'atténuation.

Dans les sols, le N_2O est principalement produit par des réactions d'oxydo-réduction induites par certains microorganismes du sol. Plusieurs chemins métaboliques à l'origine de la production du gaz existent, mais les réactions de dénitrification sont considérées comme générant la plus grande quantité de N_2O. La production et le transfert du N_2O dans les sols sont des phénomènes multifactoriels étudiés depuis plusieurs décennies.

Certains facteurs de contrôle des émissions de N_2O par les sols sont bien connus (teneur en nitrate et en eau du sol, pH, température du sol, etc.). Cependant d'autres facteurs sont encore peu étudiés, comme la structure du sol. La structure est le siège de phénomènes physiques, chimiques et biologiques à l'origine de la production, du transfert et des émissions de N_2O dans l'atmosphère terrestre. La structure du sol conditionne entre autres la circulation des gaz dont l'oxygène, contrôlant le type de respiration microbienne, donc l'éventuelle mise en place de la dénitrification. La structure du sol conditionne également le transport de la solution du sol, impliquant la migration d'espèces chimiques azotées et de matières organiques dissoutes susceptibles d'alimenter les réactions de dénitrification. La répartition de l'eau dans le sol, contrôlée par la structure, influence également fortement l'oxygénation du sol.

Objectif et approches mises en œuvre

Bien qu'il apparaisse important d'étudier conjointement la structure du sol et d'autres facteurs de contrôle dans le déterminisme des émissions, peu de travaux existants font le lien entre la variabilité spatiale des émissions de N_2O et la structure. L'objectif de ce travail est donc de préciser l'influence de la structure du sol dans le déterminisme des flux de N_2O, en étudiant la structure à différentes échelles dans un but exploratoire.

Pour cela, deux approches complémentaires ont été mises en œuvre. Une campagne de terrain a été menée sur une parcelle cultivée, présentant un même contexte pédoclimatique

mais des modalités de travail du sol différentes, conduisant à des états structuraux contrastés. Les flux de N_2O ont été mesurés sur deux pratiques agricoles (strip till et labour), et pour deux degrés de tassement du sol (tassé et non-tassé). Au sein de ces quatre modalités de travail du sol (*strip till tassé*, *strip till non-tassé*, *labour tassé*, *labour non-tassé*), des placettes de sol fortement émettrices en N_2O (nommées *hotspots*) et faiblement émettrices ont été identifiées.

Le sol de ces différentes placettes d'intérêt a été caractérisé. Des facteurs physico-chimiques, connus pour exercer un contrôle sur les émissions de N_2O (concentration en nitrates, teneur en eau, etc.), ont été mesurés. D'autres paramètres relatifs à la structure du sol ont été acquis, en caractérisant directement la structure de manière quantitative (tomographie X), ou bien en caractérisant la structure de manière indirecte via la mesure de propriétés de transfert de gaz. L'objectif de cette approche est de déterminer si les paramètres de structure du sol permettent d'expliquer l'intensité des émissions de N_2O, en parallèle de l'étude d'autres facteurs habituellement considérés. La structure du sol a été caractérisée quantitativement par imagerie à deux échelles d'étude.

Une expérimentation en laboratoire a ensuite été réalisée, afin d'étudier l'influence de la structure du sol sur les émissions de N_2O après une pluie concentrée en fertilisant azoté. Pour cela, une quantité d'eau fertilisée a été apportée aux cylindres de sol étudiés. Les émissions de N_2O et les paramètres de structure du sol ont été par la suite conjointement mesurés 24h après l'apport d'eau fertilisée. L'expérimentation en laboratoire a été effectuée en conditions contrôlées, afin de s'affranchir de l'effet de certains facteurs environnementaux autres que ceux liés à la structure du sol.

Structure du mémoire

Ce mémoire s'organise en cinq chapitres :

- Le **chapitre 1** constitue un état de l'art sur le déterminisme des émissions de N_2O en relation avec la structure du sol.
- Le **chapitre 2** présente le site d'étude, soit la parcelle où des sols ont été prélevés et étudiés tout au long de la thèse, ainsi que des éléments méthodologiques.
- Le **chapitre 3** se focalise sur les émissions de N_2O mesurées au cours des deux approches mises en œuvre, sur le terrain puis en laboratoire.
- Le **chapitre 4** décrit, de manière qualitative et quantitative, les états structuraux induits *in situ* par les quatre modalités de travail du sol (*strip till tassé*, *strip till non-tassé*, *labour tassé*, *labour non-tassé*).
- Le **chapitre 5** explore les relations entre la structure du sol et les émissions de N_2O, mesurées à la fois *in situ* et au laboratoire, afin i) d'évaluer si des différences de structure permettent d'expliquer les flux de N_2O mesurés, et ii) d'identifier les paramètres structuraux les plus pertinents expliquant les émissions.

Chapitre 1 : état de l'art sur la production, le transfert et les émissions de N_2O en relation avec la structure du sol

Objectifs de l'état de l'art

Les objectifs de l'état de l'art sont de présenter brièvement l'impact du N_2O sur le climat et la couche d'ozone. Puis, les principes généraux de la production et des transferts de N_2O dans le sol sont détaillés, de même que les facteurs physico-chimiques contrôlant la production et les émissions de N_2O. La place de la structure du sol parmi ces facteurs de contrôle est explicitée par la suite, ainsi que certaines typologies existantes à propos de la structure du sol. Quelques exemples de travaux étudiant l'influence de la structure du sol sur les émissions de N_2O sont présentés. Un plan général de la thèse est enfin proposé (Figure 15) annonçant les hypothèses de travail, les différents objectifs, la méthodologie suivie durant la campagne de terrain et l'expérimentation en laboratoire, ainsi que les différentes questions de recherche réparties selon les chapitres du manuscrit.

1. Effet du N_2O sur le climat et la couche d'ozone

1.1. Concentration du N_2O dans l'atmosphère et bilan mondial

Le protoxyde d'azote (appelé également oxyde de diazote ou monoxyde de diazote) est une molécule gazeuse composée de deux atomes d'azote et d'un atome d'oxygène, notée N_2O. D'une valeur stable d'environ 250 à 270 ppbv dans l'atmosphère terrestre au cours de l'Holocène (Schilt et al., 2010), les concentrations en N_2O atteignent désormais 335 ppbv en 2021 (IPCC, 2023) et 336 ppbv en 2022 (Tian et al., 2023). Cela représente une augmentation de presque 25 % depuis l'ère préindustrielle (les années 1750) jusqu'à aujourd'hui. Par ailleurs, la concentration atmosphérique de N_2O actuelle serait plus élevée que la concentration en N_2O mesurée les 800 000 dernières années[1], durant lesquelles se sont succédées une série de périodes glaciaires et interglaciaires (IPCC, 2023; Schilt et al., 2010).

Entre les années 2010 et 2019, un bilan des sources et puits de N_2O a été réalisé à l'échelle mondiale : environ 18.1 Tg N-N_2O sont émis chaque année (Figure 1, tirée de Tian et al., 2023). Les sources naturelles de N_2O représentent environ 64 % des émissions annuelles totales (11.6 Tg N-N_2O/an, dont entre autres 6.4 Tg N-N_2O/an émis par les sols et 3.5 Tg N-N_2O/an émis par les océans). Environ 36 % des émissions de N_2O à l'échelle mondiale sont issues des activités anthropiques (≈ 6.5 Tg N-N_2O/an). Sur ces 6.5 Tg N-N_2O/an, environ 3.6 Tg N-N_2O/an sont émis par les sols cultivés, représentant 55 % des émissions de N_2O d'origine humaine.

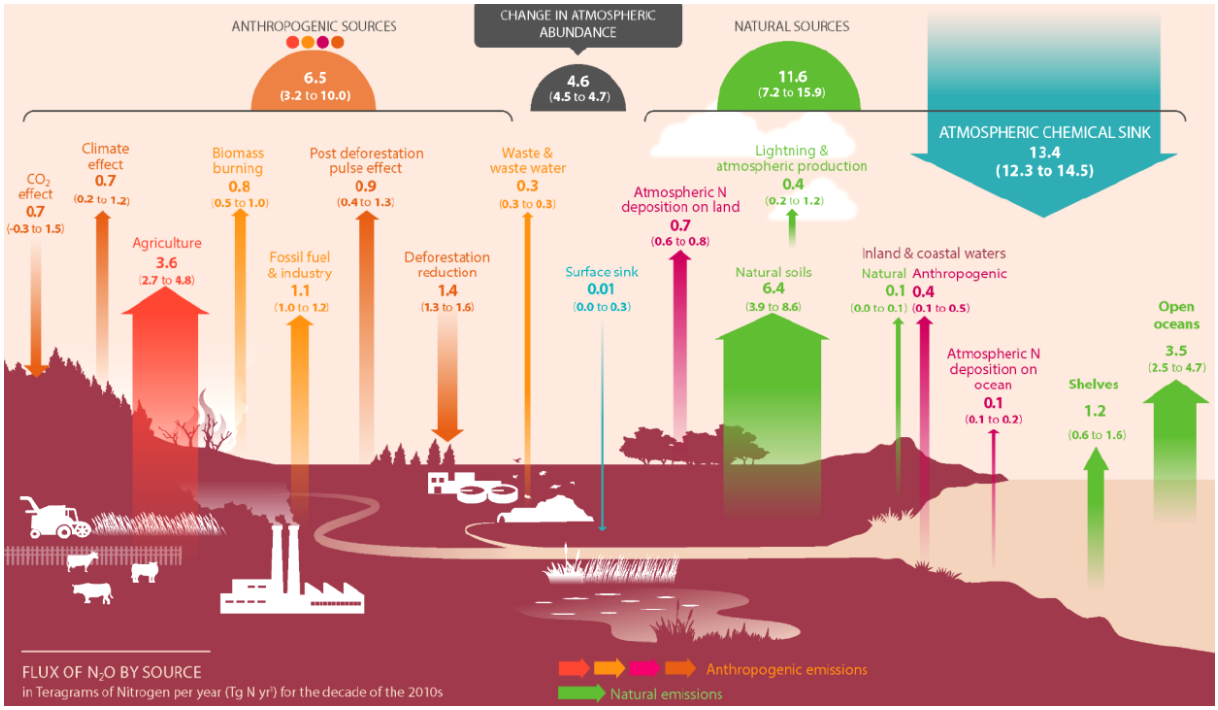


Figure 1 : Bilan mondial des sources et puits de N_2O, déterminé sur la période 2010-2019 (flux de N_2O mesurés en Tg N-N_2O/an) (Tian et al., 2023). Environ 55 % des émissions de N_2O d'origine anthropique sont dues à l'agriculture.

[1] Concentration en N_2O mesurées dans des bulles d'air piégées au sein de carottes glacières, prélevées en Arctique et en Antarctique (Schilt et al., 2010).

Concernant les puits de N_2O, les sols ont la capacité de réduire le N_2O en N_2, sous des conditions environnementales spécifiques (expliquées ci-après). Cependant, cette réduction troposphérique est anecdotique à l'échelle mondiale, représentant seulement 0.01 Tg N-N_2O/an. Le puits planétaire principal du N_2O est la photolyse des molécules de protoxyde d'azote dans la stratosphère, ce qui représente environ 13.4 Tg N-N_2O/an (Tian et al., 2023). Sur les 18.1 Tg N-N_2O émis chaque année de manière globale, cela signifie qu'environ 4.7 Tg N-N_2O ne sont pas détruits par les UV du soleil dans la haute atmosphère. Cela génère ainsi une augmentation régulière de la concentration en N_2O atmosphérique.

Selon la modélisation de Tian et al. (2019), les émissions de N_2O naturelles provenant des sols non-cultivés sont restées assez stables durant la période 1861-2016, soit aux alentours de 6 Tg N-N_2O/an (en vert, Figure 2.a, issue de Tian et al., 2019). En revanche, les émissions de N_2O issues des sols cultivés équivalaient à environ 0.3 Tg N-N_2O/an en 1861, contre environ 3.3 Tg N-N_2O/an en 2016 (en rouge, Figure 2.a, issue de Tian et al., 2019), et environ 3.6 Tg N-N_2O/an en 2023 (Tian et al., 2023), soit plus de 10 fois la valeur initiale. Cela est notamment dû à l'utilisation de fertilisants azotés de synthèse[2] dans les agroécosystèmes (Bouwman, 1996; Butterbach-Bahl et al., 2013; Crutzen & Ehhalt, 1977; Davidson, 2009; Krysztofiak et al., 2023; Shcherbak et al., 2014; Smith, 2017; W. C. Wang et al., 1976), considéré comme premier facteur de l'augmentation des émissions de N_2O issu des sols cultivés depuis 1861 (Tian et al., 2019). Par ailleurs en termes d'émissions de N_2O, la réponse des sols en fonction de l'augmentation des intrants azotés ne semble pas linéaire, mais exponentielle (Shcherbak et al., 2014).

Les régions du globe dont les sols cultivés émettent le plus de N_2O dû à l'utilisation de fertilisants sont la Chine, l'Inde, les États-Unis et l'Europe (Figure 2.b, carte issue de Guenet et al., 2021). La Chine et l'Asie du sud sont, depuis les années 1980 jusqu'aux années 2020, les plus gros contributeurs des émissions de N_2O à l'échelle mondiale (Tian et al., 2023).

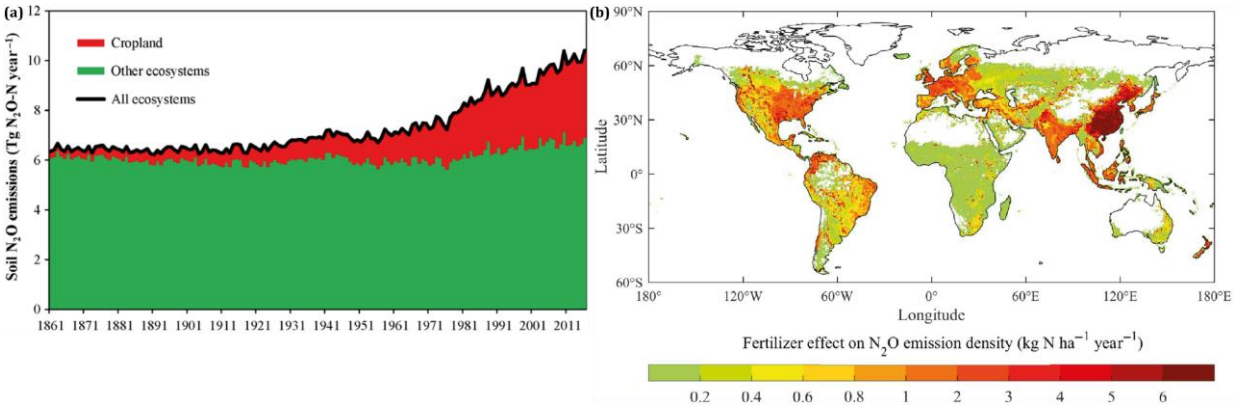


Figure 2 : Émissions de N_2O par les sols cultivés et les autres écosystèmes, entre 1860 et 2016 (a) (Tian et al., 2019) ; carte mondiale des émissions de N_2O induites par la fertilisation de synthèse des sols cultivés (moyenne de la période 2006-2015) (b) (Guenet et al., 2021).

[2] Le procédé Haber-Bosch, inventé au début du siècle dernier, permet de précipiter l'azote atmosphérique (N_2) sous forme d'ammoniac (NH_3). Ce procédé est utilisé pour la fabrication des fertilisants de synthèse (Galloway et al., 2003), l'atmosphère terrestre étant une source quasiment inépuisable de N_2.

1.2. Le N_2O, un puissant gaz à effet de serre

La molécule de N_2O possède deux effets environnementaux délétères différents : qu'il soit d'origine naturelle ou anthropique, le N_2O est d'abord produit au sein de la troposphère, où la molécule de gaz est chimiquement inerte et stable (Tortoso & Hutchinson, 1990). Dès lors, le N_2O libéré agit en tant que Gaz à Effet de Serre (GES) (W. C. Wang et al., 1976) (Figure 3). Comme les autres GES (H_2O, CO_2, CH_4, O_3, etc.), le N_2O à la capacité d'absorber des rayonnements situés dans le spectre des infrarouges en provenance de la Terre (sols, océans & nuages), puis de les réémettre entre autres en direction de la Terre, générant ainsi un effet de serre (IPCC, 2023; Krysztofiak et al., 2023). Le N_2O possède une durée de vie dans l'atmosphère d'environ 118 ± 7 ans[3] (Krysztofiak et al., 2023), et un potentiel de réchauffement global d'environ 273 fois plus élevé que le CO_2 (Li et al., 2024). Pour ces raisons, le N_2O est considéré comme le troisième gaz à effet de serre à longue durée de vie le plus important en termes de forçage radiatif[4], après le CO_2 et le CH_4 (Engel et al., 2019; IPCC, 2022, 2023). De plus, la montée des températures à la surface de la Terre, dues au réchauffement climatique, augmentera potentiellement fortement les émissions mondiales de N_2O durant les prochaines décennies, induisant une boucle de rétroaction positive accentuant le réchauffement global (Cui et al., 2023).

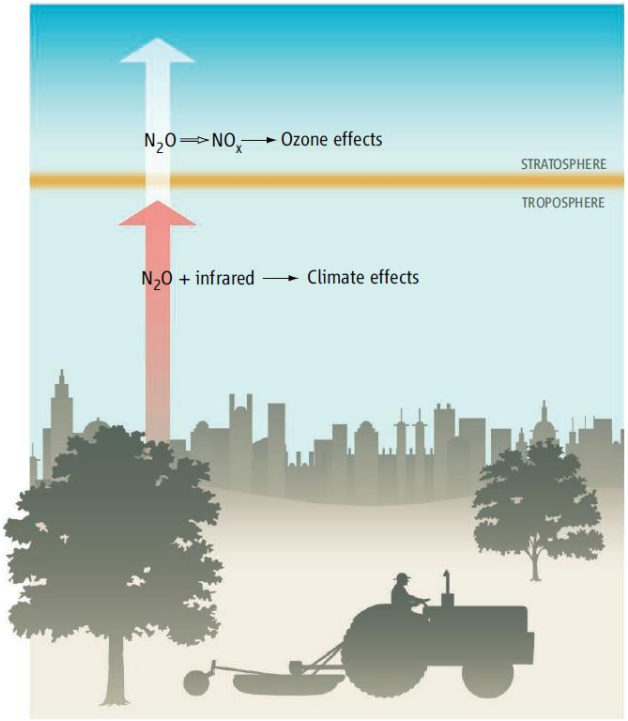


Figure 3 : La molécule de N_2O génère deux effets environnementaux délétères. Le N_2O est à la fois un gaz à effet de serre (GES) lorsqu'il est localisé dans la troposphère, et une substance réagissant indirectement avec

[3] Valeur proposée par Krysztofiak et al. (2023), d'après les travaux de Prather et al. (2015) & Ravishankara et al. (2019).

[4] Le forçage radiatif, exprimé en $W.m^{-2}$, désigne le changement du bilan net entre les flux radiatifs entrants et sortants à la tropopause (partie sommitale de la troposphère), en raison de la variation d'un facteur environnemental externe, comme la concentration croissante en GES dont le N_2O (IPCC, 2022). Ainsi, un hiver volcanique dû à des aérosols causera un forçage radiatif négatif, qui aura tendance à refroidir la troposphère. Inversement, une augmentation de GES dont le N_2O dans la troposphère causera un forçage radiatif positif, donc un réchauffement de la surface de la Terre.

l'ozone stratosphérique lorsqu'il atteint la stratosphère (*Ozone Depleting Substance*, ODS) (Crutzen, 1970, 1971; Ravishankara et al., 2009), ce qui a pour effet de diminuer l'épaisseur de la couche d'ozone (figure issue de Wuebbles, 2009).

1.3. Impact du N_2O sur la couche d'ozone stratosphérique

La quantité de rayonnements ultraviolets (UV) de type B qui arrive à la surface de la Terre est contrôlée par l'absorption de ces UV par la couche d'ozone stratosphérique. La couche d'ozone protège par conséquent les écosystèmes aquatiques, terrestres et la santé humaine des effets délétères des UV-B (Bais et al., 2014; Bornman et al., 2014; Butler et al., 2016; McKenzie et al., 2019). La découverte du fait que le N_2O détruit indirectement l'ozone stratosphérique est attribué aux travaux fondateurs de Crutzen (1970, 1971). Une fois que le N_2O atteint la stratosphère, environ 90 % des molécules sont à terme photolysées par le soleil (Yu et al., 2020), générant ainsi une molécule de N_2 et un atome d'oxygène atomique $O\cdot$ (possédant un électron non-apparié, donc fortement réactif) :

$$N_2O + h\nu = N_2 + O\cdot \quad (1)$$

Les 10 % du N_2O restant seront oxydés par un atome d'oxygène atomique, générant entre autres deux molécules d'oxyde nitrique (NO) :

$$N_2O + O\cdot = 2\,NO \quad (2)$$

La formule chimique responsable de la perturbation du cycle de Chapman, conduisant à la destruction progressive de l'ozone stratosphérique, est la suivante :

$$NO + O_3 = NO_2 + O_2 \quad (3)$$

En 2009, Ravishankara et al. ont montré que le N_2O était devenu, depuis le début du XXIe siècle, la molécule contribuant le plus à la destruction de la couche d'ozone. Le N_2O prend donc, aujourd'hui, la première place devant les composés halogénés comme les CFCs, dont la production (exclusivement anthropique) est désormais efficacement jugulée à l'échelle mondiale par le Protocole de Montréal.

C'est dans ce contexte environnemental que s'inscrit la thèse et son sujet de recherche, centré sur les émissions du N_2O en relation avec la structure d'un sol cultivé.

2. La production de N_2O dans les sols

2.1. Principe général

L'activité microbienne des sols joue un rôle prépondérant dans le fonctionnement des biocénoses terrestres, en fournissant de l'azote (considéré comme limitant) nécessaire à la croissance des organismes autotrophes. De ce fait, l'étude des multiples spéciations de l'azote dans le sol est une gageure, car impliquant directement la dynamique des communautés microbiennes du sol (Robertson & Groffman, 2015). Néanmoins, une compréhension fine de ces différents processus de transformation de l'azote est fondamentale. En effet, de nombreuses espèces chimiques azotées dites réactives (Nr : *Reactive Nitrogen*) agissent comme des contaminants, impactant la santé humaine et les écosystèmes (NH_3, NO_3^-, NO_x,

etc.). En raison de ses effets climatiques délétères, le N_2O s'inscrit également dans cette liste de contaminants issus de la cascade de l'azote (Butterbach-Bahl et al., 2013).

Comme les autres GES, le N_2O produit dans le sol est principalement généré par l'activité microbienne (Baggs, 2011; Cavigelli & Robertson, 2001; Firestone & Davidson, 1989; Pulido-Moncada et al., 2022; Stehfest & Bouwman, 2006), issu de réactions redox induisant des transferts d'électrons (Conrad, 1996; Girard, Walter, et al., 2011a; Li, 2007; Zhang et al., 2009). La production de N_2O peut s'opérer à la fois en contexte aérobie et anaérobie.

De manière générale, les microorganismes du sol obtiennent l'énergie et les nutriments (dont l'azote) nécessaires à leur survie en cassant les liens carbonés des matières organiques (Farquharson & Baldock, 2008; Li, 2007; Robertson & Groffman, 2015; Rohe et al., 2021). Afin de dégrader la matière organique facilement minéralisable (carbone organique labile, facteur limitant de l'activité microbienne, Kuzyakov & Blagodatskaya, 2015), les microorganismes du sol opèrent un transfert d'électron depuis la matière organique, source d'électrons (Robertson & Groffman, 2015; Zhang et al., 2009), vers un accepteur terminal d'électron présent dans leur milieu immédiat (Calvet, 2003b; Pulido-Moncada et al., 2022; Surey et al., 2021). Dans le sol, l'O_2 est l'oxydant possédant l'énergie libre de Gibbs la plus faible parmi les autres espèces chimiques, ce qui le place en première position en tant qu'accepteur d'électrons (Li, 2007). L'O_2 peut être sous forme gazeuse dans l'espace poreux libre à l'air du sol, ou bien dissoute dans la solution du sol. Lorsque la pression partielle en oxygène est suffisante, la respiration microbienne aérobie se produit, induisant une consommation d'O_2 et une libération de CO_2 (Stotzky, 1965). Les microorganismes du sol génèrent un transfert d'électrons de la matière organique à minéraliser vers l'O_2, qui se trouvera ionisé : l'oxygène se combinera alors avec les atomes de carbone dissociés pour former du CO_2, qui sera transmis dans l'espace poreux du sol puis vers l'atmosphère (Calvet, 2003b; Li, 2007). Ainsi, les matières organiques du sol sont une source d'énergie, de carbone et d'azote pour les microorganismes ; la présence de matières organiques peut stimuler la demande biologique en oxygène de la respiration microbienne aérobie (Farquharson & Baldock, 2008; Robertson & Groffman, 2015).

Lorsque le contact entre l'espace poreux et l'atmosphère est rompu pour diverses raisons (tassement, ennoiement, etc.), les microorganismes du sol continuent à consommer l'O_2 restant dans le réseau poreux, faisant chuter sa pression partielle (Bessou et al., 2010; Bhandral et al., 2007; Rabot, Cousin, et al., 2015). La chute de la concentration en O_2 impacte à la fois un large panel de décomposeurs aérobies, et stimule *a contrario* les microorganismes dénitrifiants (Li, 2007). Les microorganismes dénitrifiants utilisent d'autre oxydants que l'O_2 en tant qu'accepteurs d'électrons lors de la minéralisation de la matière organique, en transférant par exemple les électrons à des oxydants azotés solubles comme les nitrates (NO_3^-), qui deviendront alors des nitrites (NO_2^-, également solubles). Si l'anoxie se poursuit, les nitrites seront réduits en oxyde nitrique (NO), puis en protoxyde d'azote (N_2O), et enfin en diazote (N_2), le NO, N_2O et N_2 étant sous forme gazeuse (Knowles, 1982; Philippot et al., 2007). La réduction du N_2O en N_2 est actuellement le seul chemin métabolique connu en milieu terrestre permettant de soustraire du N_2O à l'atmosphère (Hénault et al., 2019). Au cours de

ces réactions métaboliques décrivant la dénitrification (soit l'ensemble des réactions chimiques conduisant à la réduction des oxydes d'azote, Calvet, 2003), le N_2O peut s'échapper des microsites anaérobies avant d'être utilisé à son tour en tant qu'accepteur d'électron, et n'est donc pas réduit en N_2. Il y aura alors une émission nette de N_2O dans l'espace poreux du sol, puis éventuellement vers l'atmosphère si la dénitrification ne se poursuit pas jusqu'à son terme (Li, 2007).

La production de N_2O est donc conditionnée par la quantité d'électrons présents dans le sol (mesuré grâce au potentiel redox *Eh*, en volt), qui détermine si oui ou non les réactions d'oxydo-réduction peuvent se produire (C. Gu & Riley, 2010; Hedin et al., 1998; Husson, 2013; Li, 2007). Si le potentiel redox est favorable, les réactions d'oxydo-réduction à l'origine de la production du N_2O seront contrôlées par la quantité et la qualité des matières organiques disponibles donneuses d'électrons d'une part (si possible de nature labile, soit facilement minéralisable, Abalos et al., 2022; Li, 2007; Schlüter et al., 2018), et la disponibilité des accepteurs d'électrons présents dans le milieu d'autre part. La production du N_2O d'origine microbienne est par conséquent contrôlée par 4 facteurs principaux : les cortèges microbiens en place et capables de produire le protoxyde d'azote, la valeur du potentiel d'oxydo-réduction du sol, le type et la quantité de matières organiques à minéraliser donneuses d'électrons, et le type d'accepteur d'électrons présent dans l'environnement immédiat des microorganismes du sol (Butterbach-Bahl et al., 2013; Husson, 2013; Li, 2007; Robertson & Groffman, 2015; Schlüter et al., 2018).

2.2. Les différents chemins de production biotiques et abiotiques du N_2O

Suivant différentes conditions d'oxygénation, le N_2O peut être produit de multiples manières dans le sol (Baggs, 2011; Butterbach-Bahl et al., 2013; Zhang et al., 2009, 2015; Zhu-Barker et al., 2015):

- Par nitrification autotrophe et hétérotrophe lors de la dégradation de l'hydroxylamine (NH_2OH) ;
- Par dénitrification hétérotrophe, provoquée par des organismes utilisant des oxydants azotés ($NO_3^- \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO \rightarrow N_2O$) comme accepteurs d'électrons, dans des conditions d'oxygénation limitées ;
- Par dénitrification opérée par les organismes nitrifiants, soit la réduction des nitrites par des organismes oxydant l'ammoniac ;
- Par couplage simultané entre nitrification et dénitrification ; par exemple, une production de nitrates par des microorganismes nitrifiants oxydant les nitrites, immédiatement suivie par une dénitrification par les microorganismes dénitrifiants ;
- Par codénitrification, soit une réaction microbienne entre l'oxyde nitrique (NO) et une espèce chimique azotée telle que l'hydroxylamine ou l'ammonium ;
- Par *DNRA* (*Dissimilatory nitrate Reduction to Ammonia*), soit la réduction des nitrates en ammonium ;

- Par réaction abiotique spontanée : chemodénitrification des nitrites ou du nitrate d'ammonium, ou bien oxydation des hydroxylamines réagissant avec du Fe^{3+} ou du Mn^{4+}.

Le cycle de l'azote étant complexe, seules les réactions chimiques principales aboutissant à la production du protoxyde d'azote ont été représentées en Figure 4.

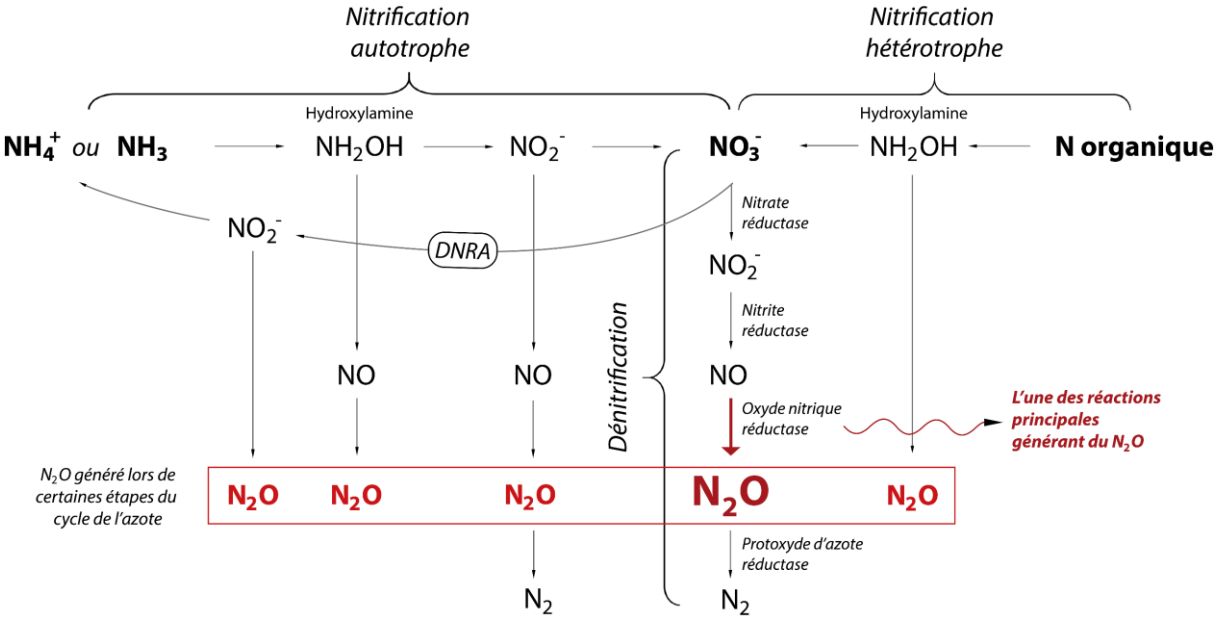


Figure 4 : Cycle de l'azote simplifié, focalisé sur la production du protoxyde d'azote (modifié d'après Baggs, 2011; Zhang et al., 2015). La dénitrification est considérée comme l'un des chemins métaboliques générant le plus de N_2O (Giles et al., 2012; Knowles, 1982; Philippot et al., 2007; Robertson & Groffman, 2015).

2.3. *La dénitrification*

La dénitrification (se produisant classiquement dans le sol à une faible pression partielle en O_2, bien que ça ne soit pas toujours le cas) présente l'avantage d'abattre même partiellement la charge en nitrates de la solution du sol, avant que les eaux ne migrent vers d'autres masses d'eau superficielles (Robertson & Groffman, 2015), le NO_3^- étant connu pour ses effets eutrophisants sur les réseaux hydrographiques (Frossard et al., 2020; Romanelli et al., 2020).

Cependant, la dénitrification est également considérée comme l'un des chemins métaboliques **générant le plus de N_2O** (Giles et al., 2012; Harris et al., 2021; Knowles, 1982; Kool et al., 2011; Philippot et al., 2007; Robertson & Groffman, 2015; Rohe et al., 2021). En effet durant la dénitrification le N_2O, issu de la réduction de l'oxyde nitrique par l'oxyde nitrique réductase, n'est pas un coproduit de la réaction comme lors de la nitrification (Farquharson & Baldock, 2008; X. J. Liu et al., 2007; Pulido-Moncada et al., 2022), mais bien un métabolite intermédiaire de la réduction du NO_3^- en N_2 (Farquharson & Baldock, 2008; Knowles, 1982; Philippot et al., 2007). Lorsque la réaction chimique s'arrête à l'étape de la création du N_2O, la molécule de protoxyde d'azote est libre de se transférer par la suite dans l'espace poreux du sol. La nitrification et la dénitrification microbienne contribuent à environ 56-70 % des émissions mondiales de N_2O (Tian et al., 2023).

Afin que la dénitrification hétérotrophe se produise, il est nécessaire de réunir de la matière organique (source d'électrons) pour la respiration microbienne anaérobie, une faible pression partielle en oxygène, la présence d'accepteurs d'électrons alternatifs comme NO_3^-, NO_2^-, NO ou N_2O, et enfin les cortèges microbiens aptes à catalyser les enzymes nécessaires à la réduction des oxydes d'azote (Pulido-Moncada et al., 2022; Schlüter et al., 2018).

De nombreuses espèces de bactéries sont capables d'assurer la dénitrification (Firestone, 1982; Rohe et al., 2021) soit plus 50 genres et 125 espèces (Zumft, 1992), ainsi que quelques espèces de champignons et d'archées (Butterbach-Bahl et al., 2013; Cabello et al., 2004; Hayatsu et al., 2008; Shoun et al., 1992; Zumft, 1997). Concernant les bactéries dénitrifiantes, la quantité d'oxydes d'azotes intermédiaires produite (NO_2^-, NO, N_2O), entre les nitrates et le diazote, est très variable en fonction des espèces. Cela est probablement dû à des différences génétiques en termes d'expression de gènes (Zumft, 1997). Il faut également souligner le caractère plus ou moins toxique de l'accumulation de nitrites (NO_2^-) et d'oxyde nitrique (NO) à certaines concentrations pour les microorganismes du sol (Bergaust et al., 2008). Cela profite notamment à certaines communautés microbiennes de dénitrifiants plus résistants, une production modérée de NO inhibant la survie d'autres microorganismes (Choi et al., 2006). De plus, certains microorganismes dénitrifiants ne possèdent pas le génome nécessaire à l'encodage de l'ensemble des enzymes permettant de réduire les oxydes d'azote intermédiaires à la dénitrification, donnant lieu à des chemins métaboliques tronqués lors de la dénitrification (Dörsch et al., 2012). Enfin, de nombreuses espèces de microorganismes dénitrifiants ne possèdent pas le génome nécessaire à la synthèse de la N_2O réductase, bloquant le chemin métabolique de la réduction du N_2O en N_2 (Schlüter et al., 2018). Il est estimé qu'environ 30 % des organismes dénitrifiants ne possèdent pas de N_2O réductase (Rohe et al., 2021). Concernant les champignons, l'espèce *Fusarium oxysporum* ne semble pas non plus être capables de synthétiser la N_2O réductase (Zhou et al., 2001). Des auteurs généralisent cette observation, en affirmant qu'aucune souche de champignon n'est capable de réduire le N_2O en N_2 (Maeda et al., 2015).

3. Localisation de la production du N_2O dans les sols : les différents types de hotspots

La production du N_2O par dénitrification dans un sol est un phénomène spatialement contraint. Les microsites de production du N_2O par une forte activité des microorganismes dénitrifiants sont nommés des *hotspots*, d'après l'article fondateur de Parkin (1987). L'auteur a démontré qu'environ 25 à 85 % de l'activité microbienne dénitrifiante était associée à des matières organiques particulaires, qui représentaient moins de 1 % du volume du sol investigué[5]. De plus, la minéralisation des matières organiques par les microorganismes sont des phénomènes se produisant à des échelles spatiales de l'ordre de quelques microns (Robertson & Groffman, 2015).

[5] L'ensemble des microhabitats abritant les microorganismes d'un sol sont généralement compris dans moins de 1 % du volume total du sol (Young et al., 2008).

Des hotspots peuvent se former autour de fragments de matières organiques particulaires (*Particulate Organic Matter*, POM) diverses, comprenant les résidus végétaux formant la détritusphère (rhizosphère en décomposition, feuilles mortes, etc.) (Abalos et al., 2022; Ball, 2013; Kravchenko et al., 2017; Kuzyakov & Blagodatskaya, 2015). Les matières organiques particulaires d'origine végétale, comme des résidus de culture ou des racines en décomposition, peuvent constituer de puissantes sources de N_2O (Abalos et al., 2022; Janz et al., 2022; Kim et al., 2022), comparables à la fertilisation azotée (Chen et al., 2013). En effet, Parkin (1987) a démontré que dans un cylindre de sol, plus de 80 % du N_2O produit s'était avéré être émis par un reste de feuille morte, d'environ 80 mg. Les biopores sont également une source de N_2O. En effet, des hotspots sont susceptibles de se former sur les matières organiques, labiles ou récalcitrantes, laissées sur les parois des pores d'origine biologique. Ces matières organiques déposées sur les parois peuvent être contenues dans les fèces des lombricidés, invertébrés et autres organismes fouisseurs, mais également déposées par la rhizosphère (Kuzyakov & Blagodatskaya, 2015). La surface des agrégats peut être également sujette au dépôt de lixiviats d'origine organique, provenant des horizons supérieurs (*Dissolved Organic Matter*, DOM) (Kaiser & Kalbitz, 2012). Ce type de hotspot formé à la surface des agrégats est d'origine abiotique, contrairement aux hotspots induits directement par la détritusphère et les biopores (Kuzyakov & Blagodatskaya, 2015).

La taille des microorganismes détermine la taille des pores dans lesquels ils peuvent potentiellement se loger (Vogel et al., 2022). Le cœur des agrégats du sol, caractérisé par un espace poreux généralement très fin, peut également agir en tant que hotspot, et émettre du N_2O (Ball, 2013; Højberg et al., 1994; Kravchenko et al., 2017; Schlüter et al., 2018; Sexstone et al., 1985; Smith, 1980).

Schlüter et al. (2018) ont simulé des hotspots au sein d'agrégats artificiels, et réalisé un modèle conceptuel à partir de leurs observations (Figure 5). Les auteurs ont ainsi démontré que les réactions de dénitrification se produisant dans l'agrégat artificiel, générant *in fine* du N_2O dans son cœur anoxique, dépendent à la fois du degré d'oxygénation de sa bordure et de la taille de l'agrégat. La dénitrification a mis plus de temps à s'initier dans des agrégats de grande taille (7 mm de diamètre) que dans des agrégats de petite taille (3 mm de diamètre) ; cependant, les taux de production de N_2O ont été comparativement plus élevés dans les agrégats de grande taille, une fois les centres des agrégats en anoxie complète.

Plus généralement, ces observations signifient que dans un sol pédique[6], la dénitrification peut avoir lieu au cœur des agrégats en raison d'une faible pression partielle en oxygène. Cette activité de respiration microbienne anaérobie au cœur des agrégats réduit les oxydants azotés et oxyde les matières organiques, faisant chuter le potentiel redox et agissant ainsi comme hotspots produisant du N_2O.

[6] Sol pédique : dont les horizons présentent des agrégats morphologiquement différenciés (Baize, 2016).

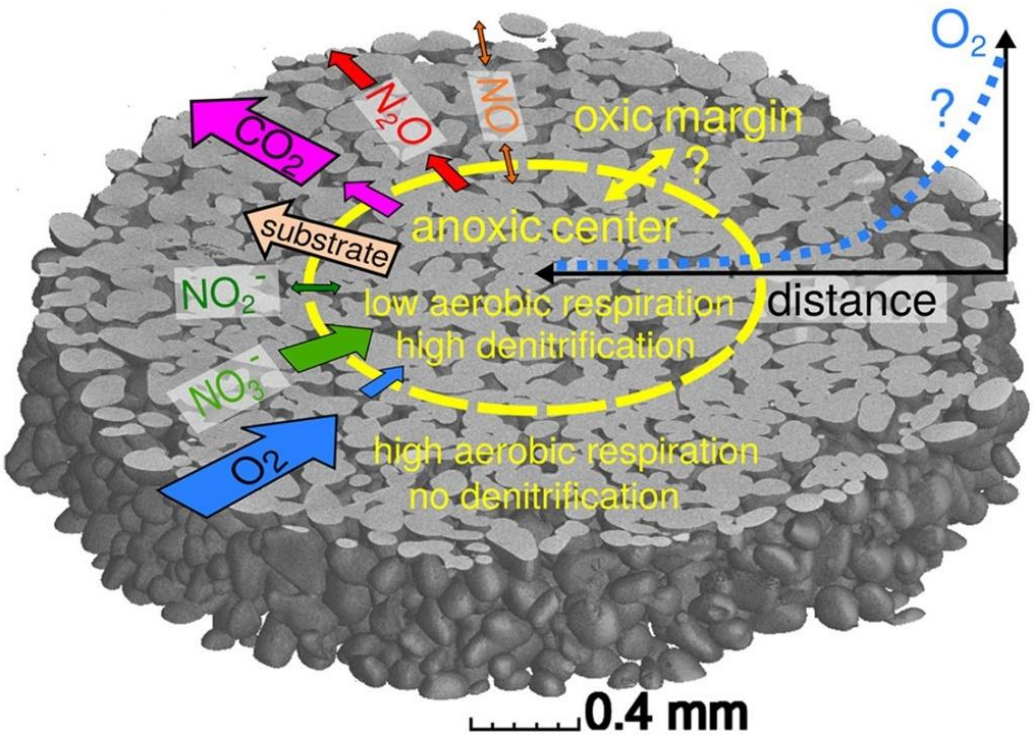


Figure 5 : Figure tirée de Schlüter et al. (2018). Afin de simuler un hotspot, les auteurs ont inoculé des agrégats artificiels de plusieurs tailles avec une souche bactérienne nommée *Agrobacterium tumefaciens*, qui ne possède pas le gène nécessaire à la synthèse de la N_2O réductase. En parallèle, des matières carbonées dissoutes (succinate) et du KNO_3 ont également été ajoutés au sein des agrégats. Une incubation des agrégats a été réalisée à différentes concentrations en oxygène, et la dynamique des concentrations d'O_2, de CO_2, de NO et de N_2O a été monitorée.

Il est nécessaire d'ajouter que la compréhension du mécanisme de production de N_2O est rendue complexe car dans un sol situé dans des conditions naturelles, plusieurs espèces microbiennes sont susceptibles de coexister et de simultanément générer du N_2O par des chemins métaboliques différents (Rohe et al., 2021).

Enfin, certains auteurs mettent en garde à propos de la considération des agrégats pris seuls à seuls en tant que petits réacteurs biogéochimiques, dans l'étude de la dynamique des GES (Kravchenko et al., 2019) : en effet, les conditions physico-chimiques (pH, température, teneur en eau, potentiel d'oxydoréduction, etc.) aux limites de l'agrégat ne seraient pas fidèles à celles en place dans un sol en conditions réelles, faussant la dynamique globale de la production de GES car impactant les microorganismes du sol. De plus, le sol doit être considéré non-pas comme un assemblage d'agrégats, mais plutôt comme matrice poreuse hétérogène dont l'architecture présente une dynamique temporelle, en relation avec l'activité biologique et le turn-over de la matière organique (Vogel et al., 2022). De plus, Baveye et al. (2018) avancent qu'il n'y a aucun moyen de « reconstruire » le sol sous sa forme originale, l'argument principal étant que l'espace poreux interagrégat n'aura plus jamais la même conformation après le remaniement du sol.

4. Transfert du N_2O depuis les microsites de production

Lorsqu'une molécule de N_2O est produite au sein d'un hotspot du sol (POM, centre anoxique d'un agrégat, etc.), la molécule est ensuite potentiellement[7] transférée dans l'espace poreux du sol (Figure 6). Le N_2O peut rencontrer l'espace poreux rempli d'air, c'est à dire la phase gazeuse nommée l'atmosphère du sol[8], ou se dissoudre dans la solution du sol et être transféré sous forme liquide (Clough et al., 2005).

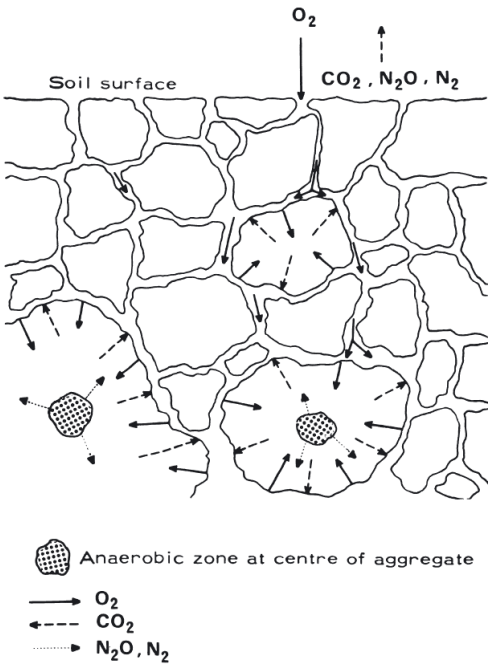


Figure 6 : Modèle conceptuel représentant les échanges d'O_2, de CO_2, de N_2O et de N_2, dans l'espace poreux du sol et au sein des agrégats (figure tirée de Ball, 2013).

Plusieurs mécanismes régissent le transport des gaz dans le sol, dont le N_2O (Calvet, 2003b; Clough et al., 2005; Heincke & Kaupenjohann, 1999; Masís-Meléndez et al., 2015) :

- Le transport des gaz par diffusion moléculaire, en phase gazeuse (processus considéré comme **majoritaire**) et en phase liquide ;
- Le transport des gaz par convection.

Le transport d'un gaz par **diffusion moléculaire** a lieu en raison de l'existence de gradients de concentration[9] de ce même gaz au sein de l'espace poreux du sol, dans les phases gazeuses et/ou liquides. De manière générale dans une phase homogène (gazeuse ou liquide), une migration s'opère spontanément entre les zones fortement concentrées en une espèce chimique donnée et les zones faiblement concentrées, en raison de la diffusion moléculaire. Cette diffusion moléculaire dans un fluide est décrite macroscopiquement par la loi de Fick.

[7] La molécule de N_2O peut également, dès que produite, être réduite en N_2 par les communautés dénitrifiantes qui ont la capacité de synthétiser la N_2O réductase.

[8] L'atmosphère du sol présente une composition généralement voisine avec celle de l'atmosphère terrestre. Elle est cependant fortement susceptible de varier dans le temps et dans l'espace (notamment l'O_2 et le CO_2), principalement en fonction de la qualité de la connexion entre le sol et l'atmosphère et de l'activité biologique (Calvet, 2003b, 2003a; Girard, Schvartz, et al., 2011).

[9] Dans les sols, ces gradients de concentration sont induits par la production de N_2O et sa réduction d'origine microbienne (Heincke & Kaupenjohann, 1999).

Une valeur de diffusion moléculaire (exprimée en $m^2.s^{-1}$), calculée en phase gazeuse, s'exprimera par conséquent de manière analogue à celle calculée en phase liquide, à ceci près que son ordre de grandeur ne sera pas le même. En effet, les coefficients de diffusion calculés seront bien plus grands en phase gazeuse qu'en phase liquide, et notamment pour le N_2O et l'O_2 avec un facteur de 10^4 (Tableau 1).

Tableau 1 : Valeurs de coefficients de diffusion moléculaire, calculées dans l'air et dans l'eau, de l'O_2 et du N_2O (diffusion moléculaire exprimée en $m^2.s^{-1}$).

Milieu	**N_2O**	**O_2**
Air	1.4×10^{-5} (Pritchard & Currie, 1982)	2.3×10^{-5} (Calvet, 2003b)
Eau	2.1×10^{-9} (Lide et al., 2005)	2.6×10^{-9} (Calvet, 2003b)

Le N_2O et l'O_2 auront par conséquent tendance à se diffuser bien plus rapidement dans l'air que dans l'eau du sol (Tableau 1). À titre d'exemple, l'oxygène se diffuse environ 10 000 fois plus rapidement dans l'air que dans la solution du sol (Greenwood, 1961). Le N_2O et l'O_2 se diffuseront donc beaucoup mieux dans les sols secs que dans les sols à saturation. Concernant l'oxygène, la présence d'eau dans l'espace poreux du sol est considérée comme un obstacle majeur à son transfert rapide, car ce dernier est peu soluble (Calvet, 2003b) et s'y diffuse lentement. En contrôlant les transferts d'oxygène, l'eau contrôle directement le caractère aérobie ou anaérobie de l'activité des cortèges microbiens dans le sol, influençant par conséquent les processus biogéochimiques dont la production de N_2O (Rohe et al., 2021).

La molécule de N_2O, bien que se diffusant lentement dans l'eau, est très soluble (Clough et al., 2005; Heincke & Kaupenjohann, 1999). Le N_2O dissous peut donc être facilement transporté dans la phase aqueuse. La solubilité du N_2O dépend de plusieurs facteurs physico-chimiques, comme la température, les sels minéraux présents dans la solution du sol et le pH. Par ailleurs, une augmentation de la température a pour effet de diminuer la solubilité du N_2O et de l'O_2, mais en contrepartie d'augmenter leur vitesse de diffusion. Enfin, le N_2O présente une solubilité plus élevée dans une solution acide que dans une solution basique (Heincke & Kaupenjohann, 1999).

Si le sol est proche de la saturation, le N_2O produit pourra d'une part se stocker dans les pores demeurés libres à l'air et isolés de l'atmosphère, ce qui a pour double effet d'empêcher son émission, et d'augmenter la probabilité que ce dernier soit réduit en N_2 par les microorganismes dénitrifiants (Braker & Conrad, 2011; Clough et al., 2005; Harter et al., 2016; Soane & Van Ouwerkerk, 1995). D'autre part, la forte solubilité du N_2O peut également induire son stockage et sa diffusion dans la phase aqueuse (Rabot, 2014). Le modèle conceptuel réalisé par Rohe et al. (2021) résume bien les aspects de transfert gazeux par diffusion en relation avec la production et le transfert du N_2O (Figure 7).

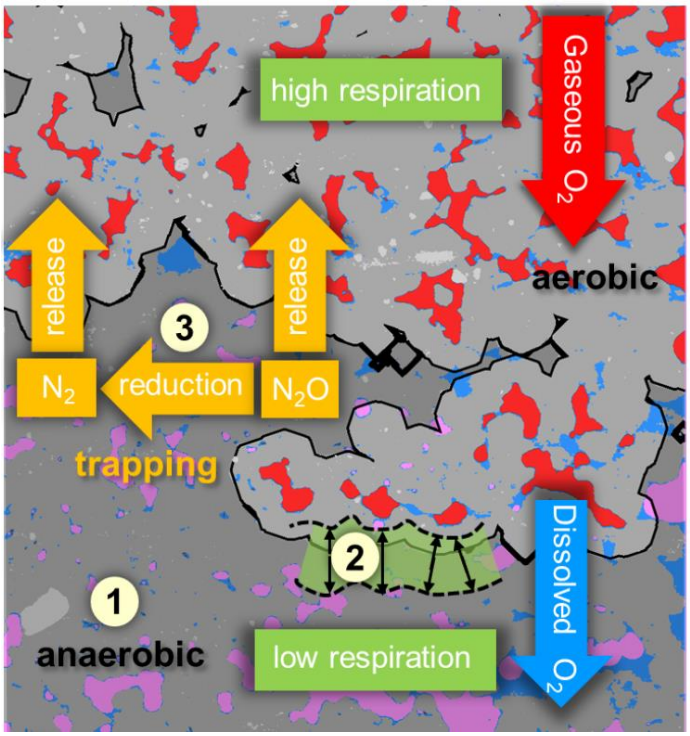


Figure 7 : Figure tirée de Rohe et al. (2021). Lorsque le réseau poreux du sol est connecté à l'atmosphère (en rouge), l'oxygène y circule par diffusion sous forme gazeuse, induisant une respiration aérobie des communautés microbiennes en place. En revanche lorsque l'air contenu dans l'espace poreux est isolé de l'atmosphère (en rose), l'O_2 contenu dans la porosité à l'air piégée sera progressivement consommé, jusqu'à ce que sa pression partielle soit trop faible pour que les microorganismes puissent continuer une respiration aérobie. Une activité anaérobie (1) se mettra alors en place (avec la présence d'une zone de transition en 2), induisant des conditions favorables à la dénitrification et à la production de N_2O. Si les conditions sont réunies (anoxie franche, organismes dénitrifiants en place et capables de catalyser la N_2O réductase, etc.), le N_2O produit pourra être réduit en N_2 (3).

Le transport des gaz par **convection** est généré par des gradients de pression au sein de l'espace poreux du sol, et non de concentration comme les transports gazeux par diffusion. En effet, différentes pressions de la phase gazeuse peuvent s'appliquer dans l'espace poreux du sol. De nombreux facteurs peuvent en être la cause comme le vent, les fluctuations de la pression atmosphérique et de la température, ou encore des mouvements d'eau comme l'avancée d'un front d'humectation, ou encore à la battance d'une nappe. Ces gradients de pression sont à l'origine des transports gazeux par convection, pouvant être décrits par la loi de Darcy. Les transports gazeux par convection ne sont cependant pas majoritaires dans le sol, car les gradients de pression sont souvent faibles (Calvet, 2003b; Clough et al., 2005; Heincke & Kaupenjohann, 1999; Velthof, Brader, et al., 1996).

5. Variabilité spatiotemporelle de la production, des transferts et des émissions de N_2O par les sols

Les hotspots de production du N_2O issu de la dénitrification sont non seulement contraints spatialement dans de petits volumes, répartis de manière erratique et causant une grande hétérogénéité spatiale (Parkin, 1987), mais également dans le temps, induisant une grande variabilité spatiotemporelle de la production du N_2O. En effet, la durée de production de N_2O par un hotspot s'échelonne sur quelques jours voire plusieurs semaines (Groffman et al., 2009;

Kravchenko et al., 2017; Kuzyakov & Blagodatskaya, 2015). La notion de durée d'émission de N_2O par un hotspot est nommée « hot moment ». Anthony et al. (2023) définissent les hot moments comme « *une courte période de temps, où les flux de N_2O sont significativement plus élevés que la moyenne* ». Le concept du hot moment est apparu en même temps que celui du hotspot dans les années 1980, lors de l'étude de l'activité dénitrifiante (Groffman et al., 2009).

La concentration en N_2O présente également une très grande variabilité spatiale et temporelle dans l'atmosphère du sol et dans la solution du sol. Cette variabilité spatiotemporelle a été observée il y a des décennies par de nombreux auteurs, cités dans la revue de littérature de Heincke & Kaupenjohann (1999).

Ainsi dans un sol, la pluralité des types de hotspot (Kuzyakov & Blagodatskaya, 2015), alliée à la pluralité des chemins métaboliques générant du N_2O (Baggs, 2011; Butterbach-Bahl et al., 2013; Giles et al., 2012; Zhang et al., 2015) et à la multiplicité et au dynamisme des facteurs environnementaux régissant la dénitrification microbienne (Philippot et al., 2007; Robertson et al., 1989; Robertson & Groffman, 2015; Rohe et al., 2021) induisent une **extrême variabilité spatiale et temporelle des émissions de N_2O provenant du sol,** allant du microsite à l'hectare, et de l'heure à l'année (Hénault et al., 2012; McDaniel, 2017; Parkin, 1987). Cette variabilité, bien que connue depuis des dizaines d'années (Bremner et al., 1980; Hutchinson & Mosier, 1979; Matthias et al., 1980; Ryden et al., 1979), est encore difficilement appréhendable, en dépit des avancées dans la compréhension des processus de production et d'émission du N_2O, et des progrès scientifiques en matière de modélisation caractérisant ces dernières décennies (Kravchenko et al., 2017; Krichels & Yang, 2019).

A l'échelle intraparcellaire, la variabilité spatiale des émissions de N_2O est connue pour être particulièrement élevée (Ball et al., 1997; Clemens et al., 1999; Velthof, Jarvis, et al., 1996). Dans leur étude, Ball et al. (1997) ont déterminé des hotspots dont l'emprise au sol s'échelonne de quelques centimètres carrés à quelques mètres carrés ; de plus, la production, le transfert et la consommation du N_2O qui se produisent dans l'horizon superficiel du sol varient également beaucoup avec la profondeur du sol, à l'échelle du centimètre. Les émissions de N_2O sont en effet susceptibles de fortement changer d'un centimètre carré à l'autre (Parsons et al., 1991). Lors d'une campagne de spatialisation des émissions de N_2O, Folorunso & Rolston (1984) suggèrent que la mesure d'un flux moyen de N_2O à une précision de ± 10 % nécessiterait plusieurs dizaines voire plusieurs centaines de points de mesures[10]. Si le N_2O est mesuré grâce à des chambres atmosphériques, un grand nombre de mesures est par conséquent nécessaire afin d'obtenir une valeur précise du flux moyen, soit le flux caractérisant la parcelle. De plus, la distribution des émissions de N_2O est log-normale (Ambus & Christensen, 1994; Arah et al., 1991; Ball et al., 1997; Li et al., 2013; Parkin, 1993; Röver et al., 1999; Velthof & Oenema, 1995; Yanai et al., 2003). En effet, la distribution des flux de N_2O mesurés à la parcelle ne prend pas la forme d'une courbe de Gauss, car le gaz est émis de manière très intense depuis de petites zones contraintes spatialement.

[10] Le diamètre interne des chambres atmosphériques circulaires utilisées par les auteurs = 12.5 cm ; volume interne = 1.35 L ; chambres enfoncées de 30 mm dans le sol (Folorunso & Rolston, 1984).

Concernant l'amplitude potentielle des concentrations en N_2O mesurées sur des sols cultivés en climat tempéré, Hénault et al. (2012) présentent une distribution des flux de N_2O s'étalant entre – 2 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (le sol agissant alors comme puits de N_2O) et 5400 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$. Par ailleurs dans l'atmosphère du sol, la teneur en N_2O peut présenter des concentrations extrêmement élevées par rapport à la concentration atmosphérique : une concentration de 8300 ppmv a ainsi été déterminée par Rolston et al. (1976).

6. Les facteurs environnementaux contrôlant la production, le transfert et les émissions de N_2O

La communauté scientifique s'intéresse depuis de nombreuses années aux processus multifactoriels à l'origine de la production, du transfert et des émissions de N_2O, le sujet ayant pris de l'ampleur dans le domaine de la prédiction des émissions de N_2O. La production du N_2O étant régulée par l'activité des microorganismes du sol, et principalement par les dénitrifiants, les variables écologiques qui régissent cette activité microbienne auront par conséquent de l'influence sur la production du N_2O. L'un des travaux fondateurs dans la considération de l'ensemble des facteurs influençant la production de N_2O est celui de Robertson (1989). L'auteur a notamment introduit le concept de facteurs de contrôle « proximaux » et « distaux ». Les facteurs « proximaux » sont les variables écologiques caractérisant l'environnement immédiat (à l'échelle cellulaire) des communautés microbiennes produisant le N_2O, contrôlant de fait directement leur activité métabolique (disponibilité des matières organiques, qualité et quantité des accepteurs d'électrons, etc.). Les facteurs « distaux » influencent quant à eux les facteurs proximaux à des échelles de temps diverses, donc à terme indirectement l'activité microbienne.

Ce qui rend complexe la compréhension des processus liés aux émissions de N_2O est que les facteurs environnementaux sont la plupart du temps interdépendants les uns des autres, à des degrés divers. Néanmoins, tous ces facteurs sont importants dans la compréhension du déterminisme des émissions de N_2O, et nécessitent d'être pris en compte.

6.1. Les facteurs distaux

Parmi les facteurs distaux naturels influençant les émissions de N_2O, on peut citer le climat, car les fluctuations de température de l'air influencent la température du sol (Goodroad & Keeney, 1984; Smith et al., 1998), et les précipitations influencent le WFPS (*Water Filled Pore Space*, voire le sous-chapitre *Les facteurs proximaux*) (Laville et al., 2011). La typologie du sol[11] apparaît également comme facteur influençant les émissions de N_2O (Arah et al., 1991; Henault et al., 1998; Hénault et al., 2012), de même que la topographie. La topographie influence les processus hydrologiques à l'échelle du bassin versant, qui contrôlent le WFPS à l'échelle locale, donc la dénitrification et *in fine* les émissions de N_2O (Ball et al., 1997; Vilain et al., 2010). Les émissions de N_2O sont généralement plus élevées dans des sols situés en bas

[11] Les facteurs dominants de la pédogénèse conditionnant la typologie du sol sont la nature des matériaux parentaux, la géomorphologie (contrôlant la topographie), le climat, l'occupation végétale, le régime hydrique du sol, le facteur temps et les influences anthropiques (Jamagne, 2011).

de pente que dans des sols de haut de pente (Izaurralde et al., 2004; Vilain et al., 2010). Par ailleurs, la topographie est considérée comme facteur clé pour l'estimation des émissions de N_2O à l'échelle du paysage (Corre et al., 1999; Rochette, Worth, et al., 2008).

Les facteurs distaux d'origine anthropique influencent également considérablement les émissions de N_2O. En contexte cultivé, l'apport de fertilisants de synthèse ou d'amendements organiques est considéré comme facteur prépondérant (Krysztofiak et al., 2023; Tian et al., 2019, 2023). Le type de fertilisant et le moment de son épandage sont des facteurs également importants (Cayuela et al., 2017; Stehfest & Bouwman, 2006). Les différents types de culture et de systèmes d'irrigation influencent également les émissions de N_2O (Aguilera et al., 2013; Cayuela et al., 2017), ainsi que le chaulage[12] (Hénault et al., 2019; Shaaban et al., 2020), le drainage (Grossel et al., 2016; Snyder et al., 2009), l'incorporation des résidus de culture (Abalos et al., 2022) ou encore le travail du sol (Arah et al., 1991; Ball et al., 1999; Grave et al., 2018; Rochette, Angers, et al., 2008; Six, Ogle, et al., 2004).

La méta-analyse de van Kessel et al. (2013), basée sur la synthèse de 239 articles traitant du lien entre le travail du sol et les émissions de N_2O, montre que lorsqu'une parcelle initialement labourée est convertie en semis direct, les émissions de N_2O seront généralement plus élevées juste après la conversion que lorsque le sol était labouré. Cela serait dû à une augmentation de la masse volumique, induisant une augmentation du WFPS, ce qui tend à favoriser les émissions de N_2O. Cependant si la conversion de la parcelle en semis direct a été réalisée depuis plus de 10 ans, alors les flux de N_2O seront similaires, voire décroissants par rapport à la situation où le sol était labouré. Ce phénomène pourrait s'expliquer par l'amélioration potentielle de la structure du sol en semis direct, induisant une diminution de la température du sol susceptible de diminuer les émissions de N_2O. Enfin, des phénomènes comme le tassement du sol ou bien l'imperméabilisation de sa surface influencent également fortement la dynamique des émissions de N_2O (Chapuis-Lardy et al., 2007; Hernandez-Ramirez et al., 2021; Nawaz et al., 2013; Pulido-Moncada et al., 2022). Un consensus existe sur le fait que le tassement du sol augmente significativement le risque d'émissions de N_2O, d'après la revue de littérature de Pulido-Moncada et al. (2022).

6.2. Les facteurs proximaux

De nombreux auteurs ont tenté de comprendre les facteurs influençant la dénitrification (Ortega-Ramírez et al., 2023) et de hiérarchiser quels étaient les facteurs proximaux les plus pertinents, influençant l'activité microbienne responsable des émissions de N_2O. Selon plusieurs études, l'O_2 est le facteur principal régissant la nitrification, la dénitrification et les émissions de N_2O (Bollmann & Conrad, 1998; Robertson, 1989; Song et al., 2019). Yanai et al. (2003) ont déterminé, via des statistiques multivariées, que la matière organique et le pH étaient les facteurs proximaux les plus liés aux émissions de N_2O observées. Chen et al. (2014) avancent que les facteurs principaux influençant les émissions de N_2O sont le degré de

[12] Le chaulage consiste à amender le sol avec des matières carbonatées (marnes, calcaires, craie, chaux, etc.) sur une parcelle agricole, pour faire remonter son pH et pour apporter du calcium contribuant à l'amélioration de la structure du sol (le calcium étant un cation bivalent contribuant à l'agrégation) (Baize, 2016; Baize et al., 2013; Keller et al., 2019; Six, Bossuyt, et al., 2004).

saturation en eau, l'azote minéral et la température journalière moyenne. Dans leur étude, Kitzler et al. (2006) ont déterminé que la température et l'humidité du sol étaient les facteurs les plus importants contrôlant la variation temporelle des émissions de N_2O observées. Dans les travaux de Conen et al. (2000), trois paramètres clés influencent fortement les émissions de N_2O par des sols cultivés, soit le WFPS, la température et la quantité d'azote minéral contenu dans l'horizon superficiel. La liste est longue mais tous ces auteurs détiennent une part de vérité, leurs conclusions étant régies par le choix des facteurs physico-chimiques à tester, définis dans leur protocole d'échantillonnage de terrain.

Un inventaire non-exhaustif des principaux facteurs proximaux, bien identifiés dans la littérature comme influençant la production, le transfert et les émissions de N_2O, est disponible ci-dessous :

- **Écologie des communautés microbiennes** nitrifiantes et dénitrifiantes en place dans les microhabitats du sol (diversité spécifique, abondance, dynamique des populations, etc.). Des phénomènes de compétition inter- et intraspécifiques pour l'accès à la ressource (substrats carbonés et azotés) et de prédation peuvent avoir lieu, influençant la production du N_2O (Baggs, 2011; Braker & Conrad, 2011; Butterbach-Bahl et al., 2013; Conrad, 1996). Les microorganismes à l'origine de la production du N_2O peuvent également entrer en compétition avec les plantes pour l'accès aux oxydants azotés solubles comme les nitrates (Giles et al., 2012).
- **Disponibilité en accepteurs d'électrons** (gazeux ou dissous, azotés ou non) dans l'environnement immédiat des communautés microbiennes nitrifiantes et dénitrifiantes (O_2, NO_3^-, NO_2^-, NO, N_2O, SO_4^{2-}, Fe_3^+, etc.) (Conrad, 1996; Hedin et al., 1998; Husson, 2013; Li, 2007; Zumft, 1997).

  L'oxygène a une très grande influence sur les microorganismes du sol (Calvet, 2003b). L'oxygène est considéré, parmi les autres accepteurs d'électrons, comme premier oxydant dans les sols (Girard, Schvartz, et al., 2011), car il possède la plus faible énergie de Gibbs (Li, 2007). L'aération du sol, soit la disponibilité en O_2, est un facteur essentiel régulant la nitrification et la dénitrification, et par extension la production de N_2O (Bollmann & Conrad, 1998; Robertson & Groffman, 2015; Song et al., 2019). La disponibilité en oxygène est elle-même contrôlée par de nombreuses variables dont la respiration aérobie des microorganismes, la présence d'eau dans le sol, son état structural et sa texture (Jamali et al., 2016; Rohe et al., 2021; Song et al., 2019). Lors d'un ennoiement ou d'un tassement du sol, la chute de la pression partielle en O_2 dans un sol (en raison de la consommation de l'oxygène restant dans l'espace poreux rempli l'air par les microorganismes, Li, 2007) a pour effet de faire également baisser le potentiel redox (Girard, Schvartz, et al., 2011; Husson, 2013; Rubol et al., 2012).

  Concernant l'apport exogène en accepteurs d'électrons azotés (par exemple les nitrates, dont la concentration dans la solution du sol est fortement liée à la concentration du N_2O dans l'atmosphère du sol, Heincke & Kaupenjohann, 1999), la fertilisation azotée joue un rôle majeur. La fertilisation azotée est considérée comme le premier facteur d'origine anthropique responsable de l'augmentation mondiale de la concentration en N_2O dans l'atmosphère (Krysztofiak et al., 2023; Tian et al., 2023).

Concernant spécifiquement les nitrates, certains auteurs considèrent la concentration en NO_3^- comme l'une des variables les plus importantes contrôlant la production du N_2O dans les sols (Grossel et al., 2016; Henault et al., 2005). En termes de valeur seuil, la dénitrification peut être limitée si la concentration en NO_3^- est inférieure à une valeur seuil de 5 mg N.kg $_{sol}^{-1}$ (Ryden, 1983).

- **Disponibilité en matières organiques (donneuses d'électrons)**, dissoutes dans la solution du sol ou particulaires, pour leur minéralisation[13] par les microorganismes nitrifiants et dénitrifiants produisant du N_2O (Chen et al., 2013; Robertson & Groffman, 2015; Schlüter et al., 2018). La minéralisation de la matière organique peut également induire la présence d'autres substances chimiques azotées dans le sol (NH_4^+, voire NO_3^- si la nitrification est complète), qui seront potentiellement consommées par les plantes en tant que nutriments, ou par les dénitrifiants en tant qu'oxydant azoté si les conditions environnementales sont favorables (Giles et al., 2012; Robertson & Groffman, 2015). La vitesse de minéralisation de la matière organique dépend de son rapport carbone sur azote (C:N), conditionnant son aptitude à être dégradée facilement ou non (Robertson & Groffman, 2015). L'apport de matières organiques a pour effet de diminuer le potentiel redox du sol, la matière organique agissant comme une source d'électrons (Husson, 2013).
- **Aptitude de la solution du sol à donner ou recevoir des électrons**, traduit par le potentiel redox *Eh* (en mV) conditionnant la production de GES, dont la production du N_2O par nitrification ou dénitrification (Butterbach-Bahl et al., 2013; C. Gu & Riley, 2010; Husson, 2013; Jamali et al., 2016; Kralova et al., 1992; Li, 2007; Rubol et al., 2012). En effet, une solution du sol contenant beaucoup d'électrons pourra en donner beaucoup, elle sera donc réductrice. A l'inverse, une solution du sol contenant peu d'électrons aura une faible capacité de transfert de ces derniers, elle sera donc oxydante. Afin que les microorganismes du sol (en contact avec la solution du sol) puissent catalyser certaines réactions d'oxydo-réduction (dont, entre autres, les réactions de dénitrification à l'origine de la production du N_2O), il est nécessaire que la quantité d'électrons à transférer présents dans la solution du sol soit favorable (Calvet, 2003b). Si le potentiel d'oxydo-réduction *Eh* du milieu autorise par les réactions de dénitrification (= suffisamment d'électrons disponibles dans le milieu, Jamali et al., 2016), la production de N_2O sera alors limitée par la disponibilité en accepteurs d'électrons azotés d'une part, et la disponibilité en matières organiques minéralisables donneuses d'électrons d'autre part (Abalos et al., 2022; Girard, Walter, et al., 2011a; Li, 2007; Robertson & Groffman, 2015; Schlüter et al., 2018).

  Le potentiel d'oxydo-réduction dépend beaucoup de la disponibilité en oxygène dans les sols. Lorsque le sol est oxygéné, le potentiel redox est situé entre +400 et +600 mV (Kralova et al., 1992), ou bien entre +500 et +650 mV selon Li (2007) (Figure 8) ; c'est le domaine du *Eh* propice aux émissions de CO_2. À l'inverse lorsque le sol est saturé en eau ou bien subit un tassement à sa surface, la pression partielle en O_2 diminue en

[13] La minéralisation de la matière organique par les microorganismes du sol leur permet de libérer de l'énergie, du carbone et des nutriments, dont l'azote qui est essentiel à la création des protéines et de l'ADN (Robertson & Groffman, 2015).

raison de la respiration microbienne, induisant une diminution du potentiel redox (Girard, Schvartz, et al., 2011; Husson, 2013; Rubol et al., 2012). Les réactions de dénitrification à l'origine du N_2O peuvent avoir lieu à un domaine de conditions d'oxydoréduction situées entre +100 et +500-600 mV selon Girard et al. (2011), et entre +200 et +500 mV selon Li (2007) (Figure 8).

Il existe une grande variabilité spatiale et temporelle du potentiel d'oxydoréduction dans les sols. Le *Eh* est susceptible de fortement varier à l'échelle du centimètre au sein de la matrice du sol, en raison de la variation de l'activité des bactéries anaérobies (Fiedler et al., 2007; Husson, 2013; Husson et al., 2016). En effet, la concentration en O_2 varie fortement suivant la respiration microbienne et racinaire, ce qui fait varier le *Eh* (Husson, 2013). Dans la pratique, mesurer le potentiel d'oxydoréduction *Eh* dans un sol est difficile d'un point de vue métrologique. La mesure est très sensible et non constante dans le temps en raison de la respiration microbienne, bien que certains auteurs aient mis au point une méthode de mesure précise et reproductible (Husson et al., 2016).

Il est à noter que plus le milieu sera acide, plus le caractère réducteur d'un sol sera accru (Girard, Schvartz, et al., 2011).

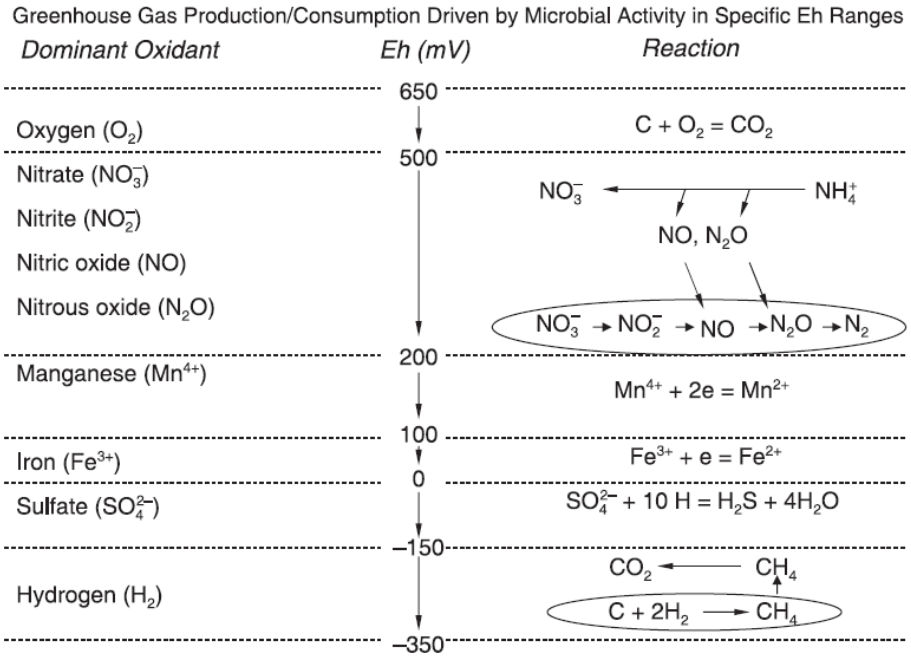


Figure 8 : Figure tirée de Li (2007). Dans les sols les émissions de GES, dont le N_2O, sont régulées par l'activité microbienne. L'activité microbienne est contrôlée par le potentiel redox, la disponibilité des matières organiques à minéraliser donneuses d'électrons et de la disponibilité des accepteurs d'électrons.

- **Teneur en eau du sol**. La teneur en eau du sol est un paramètre fondamental concernant la production, la réduction et le transfert de N_2O (Heincke & Kaupenjohann, 1999). Elle contrôle à la fois l'oxygénation (donc en partie le potentiel redox), le type de respiration aérobie ou anaérobie, les transferts en accepteurs d'électrons azotés (dissous ou gazeux) et les transferts en matière organique dissoute labile jusqu'aux microsites. Le **WFPS** (*Water Filled Pore Space*) est un paramètre

obtenu grâce à la teneur en eau massique et la masse volumique. Le WFPS est largement utilisé par la communauté scientifique pour étudier le N_2O :

$$WFPS\ (\%) = \frac{GWC \times M_v\ \times 100}{1 - \left(\frac{M_v}{2.65}\right)} \quad (4)$$

Avec GWC la teneur en eau massique en pourcentage (%) et M_v la masse volumique en $g.cm^{-3}$. Présenté autrement, le WFPS peut être également résumé de la manière suivante (Beare et al., 2009) :

$$WFPS\ (cm^3 \times\ cm^{-3}) = \frac{Volume\ d'eau\ du\ sol\ (cm^3)}{Volume\ d'air\ du\ sol\ (cm^3)} \quad (5)$$

Le WFPS est un proxy utile pour l'étude de l'activité microbienne nitrifiante et dénitrifiante ; il renseigne à la fois sur l'état d'aération du sol qui est un paramètre fondamental, et la disponibilité en eau (Robertson & Groffman, 2015). Un travail important sur le WFPS est celui de Linn & Doran (1984). Les auteurs ont mis en relation le WFPS avec l'activité de nitrification et de dénitrification, ainsi que la consommation d'O_2 et la production de CO_2 (Figure 9).

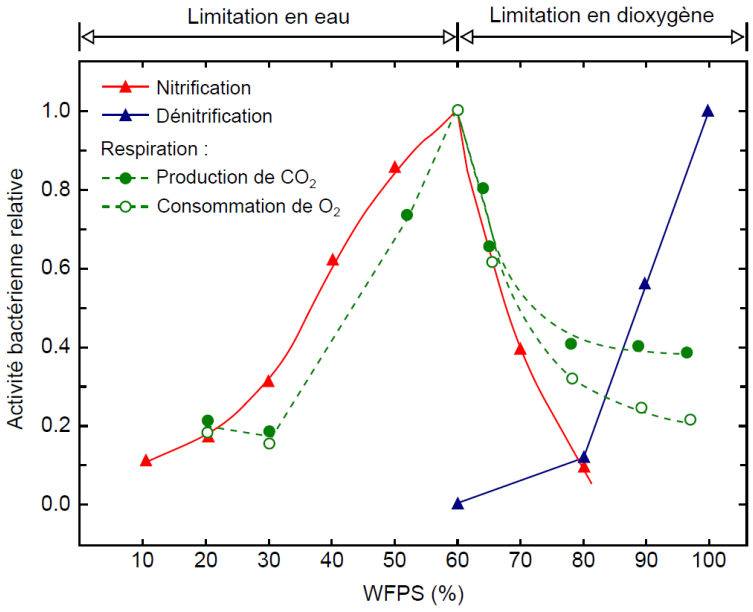


Figure 9 : Figure tirée de Rabot (2014), adaptée de Linn & Doran (1984). Relation entre le WFPS (%), l'activité bactérienne relative de nitrification et de dénitrification, et la consommation d'O_2 & la production de CO_2. Lorsque le WFPS du sol est situé entre 10 % et 60 %, la consommation d'O_2 augmente avec la production de CO_2, marqueurs de l'activité de respiration aérobie induite par les microorganismes nitrifiants. Lorsque le WFPS dépasse 60 %, l'augmentation de la teneur en eau isole progressivement l'espace poreux rempli d'air de l'atmosphère, causant un ennoiement : la pression partielle en O_2 chute en raison de sa consommation par les nitrifiants dans les pores isolés, de même que l'activité bactérienne nitrifiante. En parallèle, les bactéries dénitrifiantes prolifèrent, jusqu'à saturation totale de l'espace poreux du sol (WFPS = 100 %).

En dessous d'un WFPS de 20 %, le sol est bien aéré et les émissions de N_2O sont généralement faibles, en raison d'une diffusion des substrats azotés et carbonés et une disponibilité en eau trop limitées pour les microorganismes. Pour un WFPS situé

approximativement entre 20 % et 60 %, une production de N_2O par les microorganismes nitrifiants est possible, dans un contexte aérobie (Bateman & Baggs, 2005; Chen et al., 2013). Un WFPS situé approximativement entre 60 % et 90 % sera fortement propice à la production de N_2O (Balaine et al., 2013; Beare et al., 2009; Butterbach-Bahl et al., 2013; Davidson et al., 2000; Laville et al., 2011; X. J. Liu et al., 2007; Rabot et al., 2016; Ruser et al., 2006), du fait de la mise en place d'une activité microbienne anaérobie en raison du manque d'oxygène. Par ailleurs, un WFPS de 60 % équivaut, pour de nombreux types de sols, à la capacité au champ (Davidson et al., 2000). Au-delà de 90 %, le N_2O aura des chances d'être consommé par les microorganismes dénitrifiants en tant qu'accepteur d'électrons afin d'être réduit en N_2 (Rabot, Lacoste, et al., 2015; Ruser et al., 2006; Soane & Van Ouwerkerk, 1995), et ainsi compléter le cycle de la dénitrification, le sol agissant alors comme puits de N_2O (Chapuis-Lardy et al., 2007). En effet lorsque l'espace poreux du sol est presque saturé, le N_2O sera potentiellement piégé dans la porosité du sol restée libre à l'air, ou dissous dans la solution du sol sans pouvoir être transféré jusqu'à l'atmosphère (Braker & Conrad, 2011; Clough et al., 2005; Harter et al., 2016; Heincke & Kaupenjohann, 1999; Weier et al., 1993). Plus le N_2O est piégé dans l'espace poreux du sol pendant une période longue, plus cela accroît la probabilité de sa réduction en N_2, en raison de la baisse progressive du potentiel d'oxydoréduction du milieu privé d'oxygène (Hansen et al., 2014).

- **Température du sol**. La température du sol est un paramètre clé influençant la production du N_2O. En effet, une montée en température va favoriser certains processus enzymatiques des microorganismes du sol, contrôlant leur métabolisme (Braker et al., 2010; Schindlbacher et al., 2004) et notamment la consommation en O_2 par la respiration (Balaine et al., 2016). L'activité de nitrification et de dénitrification est généralement fortement affectée par la température du sol, selon de multiples études (Braker et al., 2010; Butterbach-Bahl et al., 2013; Saleh-Lakha et al., 2009). Ainsi, une augmentation de la température du sol induit d'une part une stimulation des processus de minéralisation de la matière organique (Robertson & Groffman, 2015), et d'autre part également une stimulation des émissions de N_2O (Dobbie & Smith, 2001; Grant & Pattey, 2008; Heincke & Kaupenjohann, 1999; Kurganova & Lopes De Gerenyu, 2010; Schindlbacher et al., 2004; Smith et al., 2003; Xue et al., 2013). Cette stimulation (non-linéaire) de la production d'N_2O par augmentation de la température s'explique par le développement et l'expansion de microsites anaérobies, en raison de la plus forte demande en O_2 par une respiration microbienne stimulée (Smith et al., 2003). De plus, un changement de la température du sol pourrait générer un changement dans la richesse spécifique et dans l'abondance des communautés microbiennes dénitrifiantes (Braker et al., 2010).

  Stanford et al. (1975) ont déterminé que la dénitrification se produisait efficacement à des températures supérieures à 11 °C, et qu'entre 10 °C et 5 °C la dénitrification déclinait rapidement. Knowles (1982) avance également qu'il existe une dépendance marquée entre la température du sol et la dénitrification, et que la dénitrification décroît rapidement avec la chute de la température. Cependant, la dénitrification est

encore observable entre 0 °C et 5 °C. La température optimale d'un sol pour les réactions de dénitrification serait aux alentours de 25-35 °C (Braker et al., 2010; Lai & Denton, 2018).

Selon Heincke & Kaupenjohann (1999), l'augmentation de la température du sol accroît à la fois l'activité microbienne et la diffusion des gaz dans la solution du sol, mais diminue en contrepartie la solubilité du N_2O. Ces observations rendent par conséquent difficile la prédiction de l'impact du changement de la température du sol sur la concentration en N_2O, à la fois dans l'atmosphère du sol et dans la solution du sol. Pour les auteurs, le changement de température du sol est donc un facteur confondant, car son impact sur les deux processus (impact à la fois sur la solubilité et la diffusion du N_2O, et sur l'activité métabolique des microorganismes) ne peut être distingué. En effet, les corrélations entre le changement de température du sol et le N_2O émis peuvent être à la fois des marqueurs du changement de la solubilité du N_2O, et de l'effet de la température sur les processus microbiens.

Selon Butterbach-Bahl et al. (2013), les changements de la teneur en eau du sol et de la température peuvent expliquer, à eux-seuls, plus de 95 % de la variation temporelle des émissions de N_2O mesurées au champ, la teneur en eau et la température étant des facteurs prépondérants de la dénitrification.

- **pH du sol**. Dans l'article de Liu et al. (2014), les auteurs expliquent que la réduction du N_2O en N_2, soit le dernier stade de la dénitrification, est empêchée lorsque le pH du sol est faible, phénomène connu depuis 70 ans. Les auteurs ont réalisé une expérience pour expliquer le phénomène. La raison principale est qu'à un pH faible, les organismes dénitrifiants sont incapables d'assembler l'enzyme N_2O réductase, qui ne sera pas fonctionnelle. L'étude d'Hénault et al. (2019) précise le phénomène, en donnant des valeurs de pH basées sur l'étude de 90 sols choisis parmi le Réseau de Mesures de la Qualité des Sols (RMQS), soit le réseau de surveillance français (Arrouays et al., 2003). Le pH de chacun des 90 sites a été étudié. Il ressort de cette étude qu'en dessous de 6.4 de pH, la réduction du N_2O en N_2 est inefficace. Entre 6.4 et 6.8 de pH, elle augmente progressivement. Au-dessus de 6.8 de pH, la réduction du N_2O en N_2 est efficace : la N_2O réductase est correctement catalysée par les microorganismes dénitrifiants. Cela signifie que les sols acides sont à même de bloquer la réaction métabolique de la dénitrification au stade de la production du N_2O. Les sols alcalins quant à eux sont propices à la réduction du N_2O en N_2, si le pH dépasse la valeur de 6.4 voire 6.8 (et si les autres facteurs environnementaux sont également favorables). Le chaulage des sols acides est prometteur en termes de technique d'atténuation des émissions de N_2O car augmentant le pH du sol (Hénault et al., 2019). De nombreux matériaux carbonatés sont efficaces dans l'atténuation des émissions de N_2O, et particulièrement le $CA(OH)_2$ (Shaaban et al., 2020).

  Dans une méta-analyse portant sur les disparités des émissions de N_2O en fonction des différentes régions du monde, Wang et al. (2018) indiquent que les émissions de N_2O provenant de sols acides sont plus sensibles aux changements de la fertilisation

azotée[14] que dans des sols alcalins. Par ailleurs, les auteurs indiquent également que le pH est un facteur essentiel, car le facteur d'émissions (EF)[15] du N_2O, défini par le GIEC, augmente significativement lorsque le pH décroît.

Enfin concernant la prise en compte de l'ensemble des chemins métaboliques menant à la production du N_2O (dénitrification, nitrification autotrophe, hétérotrophe, DNRA, etc.), il s'avère que le changement du pH du sol n'induit pas les mêmes réponses sur la production du N_2O. Par exemple, le N_2O dérivé de la nitrification autotrophe est produit à la fois par des bactéries oxydant l'ammonium (AOB, *Ammonia Oxidation Bacteria*) et par des archaeas oxydant l'ammonium (AOA, *Ammonia Oxidation Archaea*). Or, il s'avère que l'activité des AOA prévaut dans les sols dont le pH est acide, tandis ce que les AOB ne peuvent se développer que dans un sol dont le pH est légèrement basique, soit à partir d'un pH d'une valeur de 7.3 (Zhang et al., 2021). Le préférendum écologique vis-à-vis du pH étant différent suivant les types de microorganismes du sol, le N_2O peut être potentiellement produit à des gammes de pH étendues.

Texture du sol[16]. La texture du sol conditionne en partie la structure du sol (Ball, 2013). La texture du sol influence les émissions de N_2O, principalement de manière indirecte selon certains auteurs. En effet, la texture du sol et la matière organique contrôlent des caractéristiques physiques comme la distribution de la taille des pores ou la diffusivité des gaz, qui contrôle elle-même la disponibilité en oxygène et la teneur en eau du sol, soit deux facteurs prépondérants (Jamali et al., 2016; Pihlatie et al., 2004; Skiba & Ball, 2002; Song et al., 2019; Yu et al., 2019). Les sols à texture fine (les sols à forte teneur en argiles) favorisent la dénitrification, comparé aux sols dont la texture est plus grossière, qui favorisent la nitrification (Bollmann & Conrad, 1998; Jamali et al., 2016; Weier et al., 1993). En effet, les sols à texture fine ont plus de pores fins où l'eau est retenue par capillarité au sein des agrégats que les sols à texture sableuse. De fait, ces conditions sont plus propices à l'anoxie et l'anaérobiose, qui peuvent être maintenues plus longtemps dans les sols à texture fine que dans les sols à texture grossière (Bouwman et al., 1993; Jamali et al., 2016). Cependant, les émissions de N_2O par les sols dont la texture est fine ne sont pas forcément plus élevées que les émissions de N_2O par les sols dont la texture est plus grossière. Une teneur en argiles plus élevée a pour effet de diminuer la diffusivité des gaz, ce qui favorise la dernière étape de la dénitrification, soit la réduction du N_2O en N_2 (Gu et al., 2013). Selon Jamali et al. (2016), la texture du sol est l'un des principaux facteurs expliquant les variations

[14] La fertilisation azotée, premier facteur des émissions de N_2O (Krysztofiak et al., 2023), a pour effet de contribuer à l'acidification des sols (Shaaban et al., 2020).

[15] L'étude de Wang et al. (2018) se base sur le facteur d'émissions EF proposé par le GIEC par De Klein et al. (2006), d'une valeur de 1 % pour les zones cultivés. Cela signifie que lorsque 1 % de fertilisant azoté est épandu, 1 % de la masse du fertilisant sera convertie en N_2O (Cayuela et al., 2017). Récemment, Hergoualc'h et al. (2021) ont proposé plusieurs valeurs de EF, notamment en fonction des climats, secs ou humides, et du type de fertilisation, synthétique ou basé sur des amendements organiques.

[16] La texture du sol correspond à la composition minéralogique d'un sol, réduite à trois fractions. On distingue les argiles (< 2 µm), les limons (2 – 50 µm) et les sables (50 – 2000 µm). Il est à noter que la fraction granulométrique des argiles correspond généralement aux argiles minéralogiques (Baize, 2016; Girard, Schvartz, et al., 2011).

spatiales des émissions de N_2O, du fait de son influence sur la disponibilité en oxygène dans le sol.

6.3. La place de la structure du sol parmi les autres facteurs

Dans son article posant les bases des contrôles proximaux et distaux sur la nitrification et la dénitrification, Robertson (1989) classe la « porosité du sol » plutôt du côté des facteurs distaux. L'auteur considère en revanche que la « structure des agrégats » et la « perturbation physique du sol » sont des facteurs plus proximaux. Le dénominateur commun entre ces éléments est qu'ils décrivent tous la **structure** du sol, soit tantôt sa phase solide, tantôt son espace poreux. Or, l'ensemble des conditions physico-chimiques influençant les cortèges microbiens, produisant ou réduisant le N_2O suivant les conditions du milieu (température, pH, répartition de l'eau dans le sol, disponibilité en électrons, en O_2 et autres accepteurs d'électrons, en matières organiques, etc.), sont régulées par la phase solide du sol et la conformation de son espace poreux. En d'autres termes, l'intégralité des processus biogéochimiques à l'origine des émissions de N_2O se produisent au sein de la structure du sol. L'étude des émissions de N_2O par les sols, afin d'être plus exhaustive, doit inclure la description de la structure du sol, en plus de l'étude des autres facteurs physico-chimiques.

7. Structure du sol et son influence sur la production et les transferts de N_2O

7.1. Structure du sol : concept général

La structure d'un sol (Figure 10) désigne l'arrangement, à toutes les échelles d'espace et tous les niveaux d'investigation, des composants des couvertures pédologiques (Baize, 2016), qu'ils soient de nature minérale ou organique, morte ou vivante (Baize et al., 2013). Les sols sont définis comme des systèmes poreux en trois dimensions, caractérisés par une forte hétérogénéité spatiale (Dexter, 1988; Six, Bossuyt, et al., 2004) où l'espace poreux constitue la limite entre les composants solides (Vogel et al., 2022). L'organisation des phases solides du sol est irrégulière et complexe, c'est pourquoi l'espace poreux d'un sol est la plupart du temps anisotrope (Baize et al., 2013). La structure du sol est également définie comme une interface biogéochimique complexe et hétérogène (Totsche et al., 2010), constituant l'habitat d'un très grand nombre d'organismes de toute taille (Rabot et al., 2018).

La structure du sol est également nommée *architecture du sol* par certains auteurs (Baveye et al., 2018), afin de souligner l'importance du lien entre l'arrangement des constituants physiques du sol et les nombreuses fonctions[17] qui en découlent (régulation du climat par séquestration du carbone, cycle de l'eau et des nutriments, production de biomasse, stockage et filtration de l'eau, habitat des organismes du sol, etc.) (Rabot et al., 2018; Vogel et al., 2022).

[17] Les fonctions du sol se réfèrent à « ce que fait le sol », soit l'ensemble des processus biogéochimiques se produisant dans le sol indépendamment de tout intérêt humain (Rabot et al., 2018).

De manière générale, les horizons superficiels des sols sont caractérisés par des structures grenues ou grumeleuses, en raison de l'intense activité biologique (microorganismes, arthropodes, vers de terre, racines, etc.) faisant évoluer la structure à proximité de la surface du sol. C'est l'architecture « lâche » (Baize et al., 2013). Lamandé et al. (2021) comparent l'horizon superficiel des sols à un système dont les propriétés hydriques sont comparables à une éponge. Les horizons profonds présentent en revanche généralement des structures polyédriques, cubiques ou prismatiques, en raison d'une activité biologique plus faible, et de la masse des horizons de surface portée par les horizons situés en profondeur. C'est l'architecture « ajustée », où l'agrégation est dominée par les cycles d'humectation/dessication (Baize et al., 2013). Lamandé et al. (2021) avancent que la structure des horizons profonds est dominée par de larges macropores verticaux.

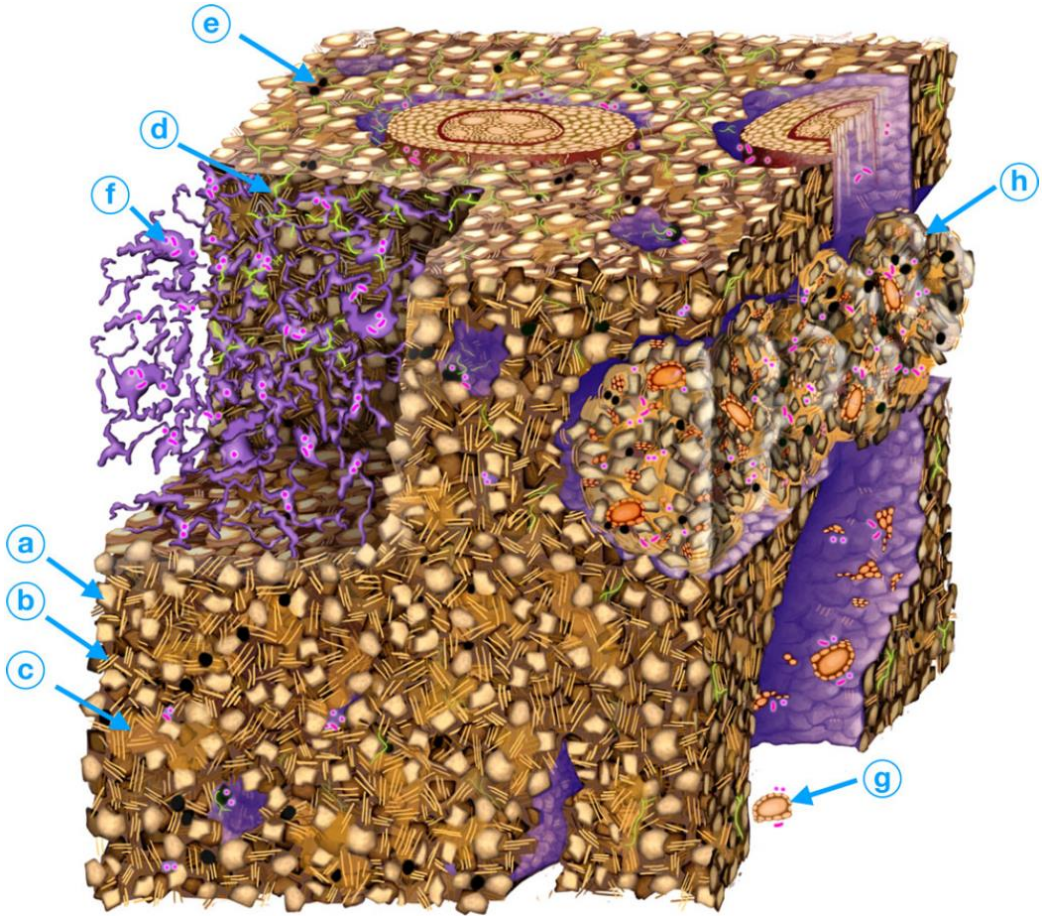


Figure 10 : Modèle conceptuel de la structure d'un sol (figure tirée de Vogel et al., 2022). La matrice du sol présentée est un mélange organo-minéral constitué de très petites roches comme des grains de quartz (a) (nommé le « squelette » du sol, car stable et peu réactif, Baize et al., 2013), d'argiles minéralogiques (b), de revêtements organiques à la surface des minéraux (c), d'hyphes mycéliens (d) souvent associés à la rhizosphère et ses cortèges bactériens associés[18] (f), des matières organiques particulaires amorphes (e) ou bien sous forme tissulaire (g), et enfin une galerie de vers de terre comblée par des turricules (h).

La structure des sols intéresse la communauté scientifique depuis plus d'un siècle (Figure 11). Deux visions se complètent concernant l'observation de la structure du sol : en effet, on peut étudier la phase solide, c'est-à-dire les constituants physiques du sol, ou bien l'espace poreux

[18] Les rhizosphères sont généralement associées à des champignons et des communautés bactériennes, entretenant des symbioses mutualistes (Palka, 2020).

du sol, c'est-à-dire le volume des vides développé à toutes les échelles d'étude (voire plus loin) (Rabot et al., 2018). Cette dualité existe toujours, et cette différence est essentielle lorsqu'il est question d'étudier la structure du sol et ses fonctions. L'avantage de l'étude de la porosité est que cette approche reconnaît l'importance de la position spatiale des constituants du sol, dans un milieu non-remanié. L'étude des agrégats individualisés, par exemple, ne tient pas compte de leur position originelle dans la matrice de sol (Vogel et al., 2022).

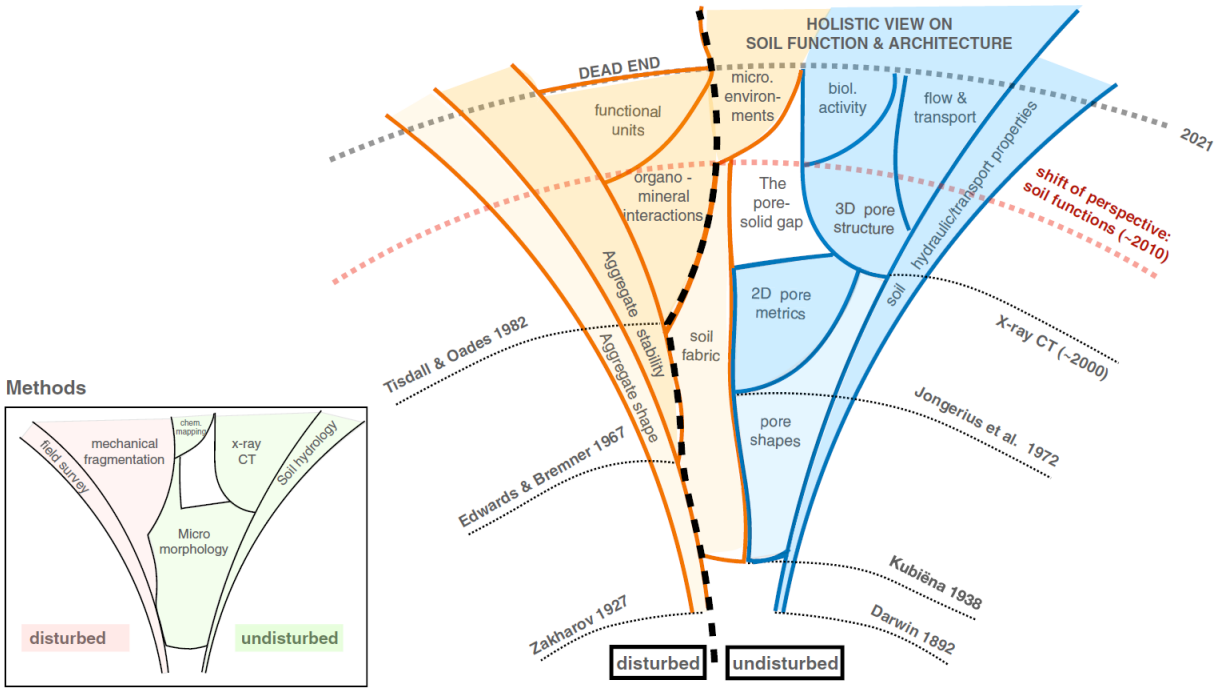


Figure 11 : Historique de l'étude de la structure du sol (figure tirée de Vogel et al., 2022). L'étude de la phase solide du sol apparaît en orange, et l'étude de l'espace poreux apparaît en bleu. Les couleurs claires indiquent le fait que les études sont qualitatives, et les couleur plus sombres indiquent le caractère quantitatif des études menées.

Il est important de souligner que la structure d'un sol est non-figée, dynamique et continuellement modifiée. Les différentes phases solides et la conformation de l'espace poreux évoluent dans le temps et dans l'espace, en fonction du climat et des saisons (alternances humectations/dessications, phénomène de retrait-gonflement des argiles, cryoturbation, etc.), en fonction de la bioturbation (croissance de la rhizosphère, perforation du sol par les organismes fouisseurs comme les vers de terre), et des pratiques agricoles si le sol est cultivé (type de travail du sol, amendements organiques, chaulage, drainage, tassements éventuel dû au passage d'engins, etc.) (Baize et al., 2013; Rabot et al., 2018; Vogel et al., 2022).

7.2. Quelques typologies existantes de la structure du sol

Il n'existe pas de définition universelle concernant la subdivision de l'espace poreux du sol en classes de taille ou de fonction, comprenant des limites bien définies (Baize et al., 2013). La structure du sol peut en effet être perçue et observée de multiples manières et à toutes les échelles, c'est pourquoi de nombreux auteurs ont réalisé des classifications, basées sur l'étude de la phase solide ou bien de l'espace poreux.

Le travail fondateur de Tisdall & Oades (1982) pose un cadre de référence concernant la phase solide du sol, et notamment à propos des mécanismes liés à l'agrégation. Selon les auteurs, le phénomène d'agrégation repose sur trois échelles d'observation de la phase solide où la matière organique est l'agent de liaison principal, la solidité de la liaison dépendant de la nature de la matière organique. Le premier niveau d'organisation est relatif à la floculation des particules élémentaires, dont la taille n'excède pas 20 µm. Ce niveau d'organisation de la phase solide est constitué d'oxydes et de polymères organiques comme des polysaccharides, adsorbés à la surface d'aluminosilicates (argiles) par des ponts cationiques (Al^{3+}, Ca^{2+}, etc.) reliés à des groupes carboxyles et hydroxyles. Ces complexes argilo-humiques se lient ensuite à des matières organiques que les auteurs qualifient de « persistantes », soit des fragments de racines, d'hyphes de débris cellulaires issus de bactéries mortes, cette nécromasse se retrouvant entourée de complexes argilo-humiques. Ces mélanges de complexes argilo-humiques associés à des matières organiques persistantes sont nommés des microagrégats, et n'excèdent pas 250 µm. Les éléments du sol dépassant 250 µm sont nommés les macroagrégats. Selon Tisdall & Oades (1982), les microagrégats (20-250 µm) sont assez stables et non-influencés par les pratiques agricoles, tandis que les macroagrégats (> 250 µm) y sont plus sensibles, car reliés par des racines et des hyphes mycéliens.

La terminologie proposée par Bresson (1987) a été élaborée grâce à l'observation de la structure du sol par microscopie optique et électronique. La typologie décrit à la fois la phase solide et poreuse du sol, répartie en cinq niveaux d'organisation. Le niveau pédique (≥ 10 mm) correspond à l'échelle de la description de la morphologie[19] des agrégats à l'œil nu, et de l'espace interagrégat. Le niveau matriciel ou intrapédique (≥ 1 mm) caractérise l'espace poreux intra-agrégat, la description morphologique de ce dernier (cavité, chambre, vésicule, chenal, fissure, etc.), sa taille et ses interconnexions. Le niveau textural (≥ 100 µm) désigne l'assemblage entre le plasma argileux et le squelette du sol (constitué de limons ou de sables). L'espace poreux de ce niveau d'organisation correspond à la porosité dite *lacunaire*, en raison des larges plages de vide entre les assemblages des plasmas argileux et du squelette. Le type de liaison entre les plasmas argileux et le squelette du sol est décrit au niveau textural (grains libres ou soudés), ainsi que le type de revêtement éventuel (par exemple la cristallisation de calcite secondaire) des grains du squelette. Le niveau plasmique (≥ 10 µm) fait appel à des connaissances relatives à la nature minéralogique des plasmas, et décrit les minéraux rencontrés et leur agencement grâce à l'organisation des plages de biréfringence de ces derniers. Enfin, le niveau particulaire (0.1 µm) est visible au MEB (Microscope Electronique à Balayage), et décrit l'agencement des éléments à la fois minéraux (aluminosilicates, oxydes, hydroxydes, carbonates, etc.) et organiques (évolués ou non).

Plus simplement, la typologie de Bruand & Tessier (1996) décrit également la phase solide et différencie l'assemblage structural, c'est-à-dire l'assemblage des mottes[20] ou des agrégats, de l'assemblage textural, soit l'assemblage entre les complexes argilo-humiques (nommé plasma argileux par les auteurs) et le squelette du sol. Ces deux niveaux d'organisation sont

[19] La description morphologique des agrégats est détaillée dans l'ouvrage de Baize & Jabiol (2011).

[20] En contexte cultural, un agrégat de sol sera désigné sous le terme de « motte », car formé artificiellement par une opération culturale (Gautronneau & Manichon, 1987; Rabot et al., 2018).

également considérés de manière similaire, mais cette fois-ci pour l'espace poreux (Baize et al., 2013) : on distingue ainsi le réseau poreux textural et structural. Le réseau poreux textural désigne l'espace poreux développé entre les assemblages des particules élémentaires (Lucas et al., 2020), dont le volume est du même ordre de grandeur que le volume occupé par les complexes organo-minéraux. Le réseau poreux textural est fortement dépendant de la granulométrie des particules élémentaires, donc de la texture du sol. Le réseau poreux structural quant à lui fait référence à l'espace intra-agrégat et interagrégat. Il résulte en partie de facteurs externes comme le climat, la bioturbation ou les pratiques agricoles en place si le sol est cultivé.

La classification de Calvet (2003a) mêle la nature de l'espace poreux, ses dimensions et les propriétés hydrologiques qui en découlent. Ainsi, les pores dont le diamètre mesure entre 1 et 10 mm (soit la porosité interagrégat) induisent des écoulements d'eau gravitaires. Les pores dont le diamètre se situe entre 1 mm et 30 µm (soit la porosité interagrégat et intra-agrégat) seront vides si le potentiel matriciel[21] est ≤ - 10 kPa. Les pores dont le diamètre est situé entre 30 µm et 0.2 µm désignent essentiellement l'espace poreux intra-agrégat. Cet espace poreux est essentiel pour les plantes, car il assure en grande partie la réserve d'eau utile et la capillarité de l'eau dans les sols. L'eau est extractible par les radicelles lorsque le potentiel matriciel est supérieur à - 1.5 MPa. Enfin, les pores dont le diamètre mesure entre 200 nm et 1 nm sont développés au sein des particules élémentaires du sol, par exemple dans les interfeuillets des aluminosilicates et au sein des matières organiques associées, à tous les stades d'humification (Girard, Walter, et al., 2011). À ces gammes de diamètres très fins, l'eau est fortement maintenue dans le sol, et interviendra dans les phénomènes de retrait-gonflement des argiles par stockage interfoliaire. Seules des dessications fortes (potentiel matriciel < - 1.5 MPa) peuvent mobiliser l'eau contenue entre 200 nm et 1 nm.

La typologie de la structure, adoptée et utilisée tout au long de ce mémoire comme cadre de référence, est celle de **Cameron & Buchan (2006)** ; elle constitue une synthèse des classifications précédentes. En effet, la classification regroupe à la fois l'aspect granulométrique relatif à la texture, le seuillage du diamètre des pores, l'aspect hydrodynamique de l'espace poreux en fonction du diamètre des pores, et enfin les différentes tailles des d'organismes du sol (Figure 12). Les auteurs mettent notamment en avant le fait qu'il existe une limite de taille de pores concernant la circulation de l'eau dans le sol. Les pores dont le diamètre est supérieur à 30 µm seront préférentiellement drainés par gravité, tandis que l'eau qui pénètre dans les pores situés entre 0.2 µm et 30 µm sera retenue par capillarité. L'eau contenue dans les pores inférieurs à 200 nm ne sera pas mobilisable par les plantes, incapables de développer la force de succion nécessaire à son extraction. On observe dans la classification que les microorganismes à l'origine de la production de N_2O, soit les bactéries, les champignons et les archaeas, sont de taille inférieure à 30 µm, et peuvent

[21] Le potentiel matriciel de l'eau contenue dans un sol, dont la valeur est toujours négative, désigne la force à développer pour ramener l'eau à l'état d'eau libre, soit pour extraire l'eau du sol. Le potentiel matriciel (en hPa ou kPa) est la somme des forces capillaires et d'adsorption (Girard, Schvartz, et al., 2011).

pas conséquent coloniser l'espace poreux du sol développé entre les particules élémentaires (< 20 µm selon Tisdall & Oades, 1982).

Sur la base des travaux de Cameron & Buchan (2006), nous qualifierons de *macroporosité* l'espace poreux du sol supérieur à 75 µm, et de *mésoporosité* l'espace poreux du sol situé entre 30 µm et 75 µm.

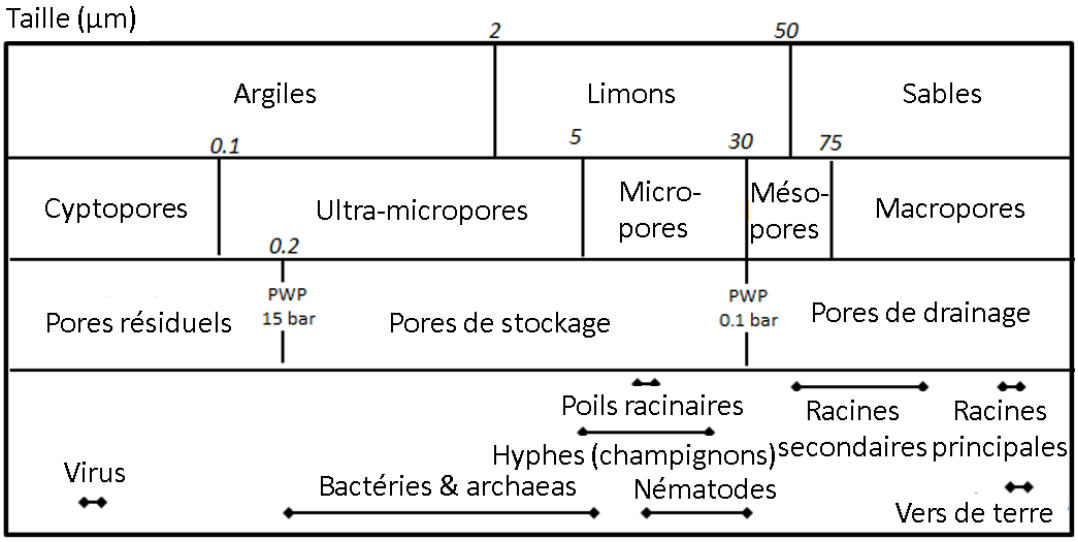


Figure 12 : Classification de la structure du sol, adoptée comme cadre de référence dans ce travail de thèse (figure modifiée d'après Cameron & Buchan, 2006). Les archaeas ne figuraient initialement pas dans la classification et ont été rajoutées (comme les bactéries, la taille des archaeas couramment rencontrées dans le sol s'échelonnent généralement entre 5 µm et 0.2 µm, Portillo et al., 2013).

Quelques décennies auparavant la structure du sol était une boîte noire, inaccessible sans passer par une méthode destructive, comme la réalisation de lames minces de sol après imprégnation par des résines. L'étude de lames minces de sol, bien que très informative (par exemple, la typologie de Bresson en 1987 repose sur l'étude de lames minces), était limitée par le fait que le sol n'était observable qu'en deux dimensions. Durant les années 1980, une nouvelle technologie est utilisée pour étudier la structure du sol, la tomographie à rayons X (Pires et al., 2010; Vogel et al., 2022). L'usage du CT scan a progressivement pris le pas sur l'utilisation des lames minces de sol, bien que le sol ne soit pas étudié à la même échelle. Deux raisons principales expliquent ce changement de méthode, premièrement du fait du caractère non-destructif des rayons X envers la structure, et surtout en raison du passage à une vision 3D du sol, qui permet de relier directement la structure du sol à ses fonctions (Helliwell et al., 2013; Vogel et al., 2022). La tomographie X ayant été mise en œuvre pour étudier les sols dans ce travail de thèse. La technique est présentée dans le chapitre 4 (sous-chapitre 2.2.1 : *Principe de l'imagerie 3D par tomographie à rayons X : application à la science du sol*).

7.3. Les transferts gazeux, proxys de l'état structural du sol

Les émissions de gaz par les sols sont régies à la fois par des processus biologiques, chimiques et physiques (Deepagoda et al., 2011). Concernant les processus physiques, la structure contrôle de nombreuses fonctions du sol, dont le transport et le stockage de l'eau et des gaz. Or les paramètres de transfert gazeux du sol, soit la perméabilité à l'air (notée k_a) et la

diffusivité relative des gaz (notée D_p/D_0), contrôlent l'oxygénation du sol et sont par conséquent des facteurs clés de l'activité microbienne (Martínez et al., 2016).

La perméabilité à l'air k_a contrôle les transferts gazeux dans le sol générés par advection (par exemple un coup de vent), qui induisent des fluctuations de pression dans l'horizon superficiel. *A contrario*, les transferts gazeux qui se produisent dans l'espace poreux libre à l'air des horizons profonds sont principalement régis par diffusion, caractérisés par la diffusivité relative des gaz (D_p/D_0) (Deepagoda et al., 2011). De manière générale, des hautes valeurs de perméabilité à l'air et de diffusivité relative des gaz facilitent les échanges gazeux. *A contrario*, de faibles valeurs de k_a et D_p/D_0 favorisent la mise en place d'une anoxie, augmentant potentiellement les émissions de GES (Martínez et al., 2016).

La perméabilité à l'air et la diffusivité relative des gaz sont des paramètres fortement liés à la texture du sol et à sa porosité totale (Deepagoda et al., 2011), et peuvent être également utilisés comme proxy pour déduire des caractéristiques géométriques de l'espace poreux du sol (Kawamoto et al., 2006; Martínez et al., 2016). Selon Dörner & Horn (2006), le changement de la structure du sol pourrait être évalué grâce à la perméabilité à l'air en tant que premier paramètre.

Exprimée avec la diffusivité relative, la perméabilité à l'air permet de déterminer le diamètre équivalent des pores (Ball, 1981; Moldrup et al., 2001). Certains auteurs ont observé une corrélation entre la macroporosité du sol, sa perméabilité à l'air, sa diffusivité relative et le flux d'eau préférentiel traversant l'échantillon (Rabot et al., 2018; Tang et al., 2011). De plus, la perméabilité à l'air est contrôlée par les pores les plus larges (Ball et al., 1988). Or, le tassement des sols impacte préférentiellement les pores les plus larges (Johannes et al., 2019), ce qui rend le paramètre de la perméabilité à l'air sensible au tassement (Berisso et al., 2013). Enfin, la perméabilité à l'air serait grandement affectée par le phénomène d'agrégation, et présenterait des valeurs bien moindres dans un sol reconstitué (Moldrup et al., 2001).

7.4. Contrôle de la structure du sol sur la production et les transferts du N_2O

L'influence de la structure du sol sur les émissions de N_2O est un phénomène connu depuis longtemps. Smith (1980) relevait déjà l'importance de la porosité interagrégat, la taille des agrégats et la diffusivité relative des gaz sur le contrôle de l'extension de l'anaérobiose et sur la dénitrification. Dans leur étude, Arah et al. (1991) ont déterminé, parmi d'autres facteurs environnementaux, que les différents types de travail du sol influençaient significativement les concentrations en N_2O mesurées.

Dans une étude portant sur l'influence de différents types de travail du sol sur les flux de GES dont le N_2O, Gregorich et al. (2006) affirment que bien que la production de GES soit d'origine biogénique, l'état physique du sol contrôle la production et les émissions de GES. Les auteurs avancent qu'un changement de l'état structural du sol peut changer les conditions physico-chimiques du milieu, influençant la disponibilité des ressources, et impactant *in fine* la croissance et la survie des microorganismes.

Rabot et al. (2015) ont acquis des images 3D par tomographie X de la structure d'un sol contenu dans des cylindres, à différents potentiels matriciels, en mesurant simultanément les émissions de N_2O. Les auteurs ont déterminé que lorsque la teneur en eau du sol diminuait, la reconnexion avec l'atmosphère de l'espace poreux auparavant isolé de l'air ambiant occasionnait de fortes émissions de N_2O.

Selon Beare et al. (2009), la production de N_2O issue de la dénitrification est fortement influencée par l'environnement physique du sol, qui contrôle l'étendue de la saturation du réseau poreux et ses effets sur la perméabilité à l'air et la diffusivité relative des gaz, susceptibles d'augmenter la fréquence de l'anaérobiose des microsites.

Dans une étude récente, Rohe et al. (2021) précisent les variables principales contrôlant la disponibilité en oxygène dans le sol (considéré comme facteur prépondérant de la nitrification et la dénitrification, Song et al., 2019). L'aération du sol, et par extension l'apport en oxygène, est à la fois contrôlée par la structure du sol, et par la répartition de l'eau dans l'espace poreux. En effet, la structure du sol et l'eau déterminent les voies de circulation préférentielles de l'oxygène dissous et gazeux, ainsi que la circulation d'accepteurs d'électrons dissous (comme les nitrates) et la matière organique dissoute jusqu'aux hotspots où ils seront consommés. De la même façon, la structure du sol et la répartition de l'eau dans l'espace poreux détermineront la manière dont les produits de la dénitrification (comme le N_2O) peuvent se diffuser loin des microsites de production.

La plupart des processus biogéochimiques qui contribuent aux émissions de N_2O dans le sol varient à l'échelle du micron au millimètre (Kravchenko et al., 2018). La caractérisation de la microstructure du sol est donc essentielle dans la prédiction des émissions des N_2O produites par dénitrification (Ortega-Ramírez et al., 2023). La distribution de la taille des pores, la connectivité du réseau poreux, sa tortuosité et son degré de saturation déterminent la production et les émissions de N_2O à l'échelle du microsite. Cependant, ces caractéristiques microstructurales sont difficiles à quantifier. La microtomographie X (< 30 µm de résolution) permet la caractérisation de ces microsites à haute résolution, et la visualisation de la géométrie de l'espace poreux du sol (Kravchenko et al., 2018).

Ortega-Ramírez et al. (2023) ont formulé l'hypothèse que plus les matières organiques particulaires (POM, *Particulate Organic Matter*, servant de substrat carboné aux microorganismes dénitrifiants produisant du N_2O) sont protégées par la matrice du sol (donc localisées loin de l'espace poreux rempli d'air), plus cela favorisera des conditions d'anoxie propices à la production du N_2O par les dénitrifiants. Partant de cette hypothèse, les auteurs ont proposé un paramètre nommé $Id_{\text{POM-Air}}$, basé sur la morphologie de la microstructure du sol (calcul de l'$Id_{\text{POM-Air}}$ détaillé dans le chapitre 5), afin de prédire les émissions de N_2O. Le paramètre $Id_{\text{POM-Air}}$ est une mesure globale de la valeur moyenne des distances géodésiques (= distance mesurée dans un espace à trois dimensions), mesurées entre la surface de chaque POM détectée et l'espace poreux rempli d'air le plus proche. Les auteurs ont trouvé une relation forte entre le paramètre $Id_{\text{POM-Air}}$ calculé et les émissions de N_2O mesurées, indiquant que la distribution spatiale à la fois des POM et de l'espace poreux rempli d'air sont des facteurs clés déterminant les émissions de N_2O.

Kravchenko et al. (2017) ont mis en lumière un phénomène directement en lien avec le diamètre des pores : dans un sol relativement sec, la matière organique particulaire issue des résidus de plantes présente potentiellement une teneur en eau plus élevée que la matrice globale du sol, en raison de leur importante capacité d'absorption d'eau (ce phénomène étant nommé l'effet « éponge[22] », Kim et al., 2020, 2022; Kravchenko et al., 2017). Cela induit des conditions anoxiques dans leur environnement immédiat, et favorise *in fine* la production du N_2O par dénitrification. Dans leur étude, les auteurs expliquent que la présence de pores dont le diamètre dépasse 35 µm (soit une méso et une macroporosité bien développée) était nécessaire pour maximiser la production de N_2O via ces hotspots d'origine végétale, afin que le N_2O se diffuse jusqu'à l'atmosphère. Kravchenko et al. (2018) affirment que l'hétérogénéité du sol peut induire des conditions anoxiques favorables à la dénitrification dans les microsites isolés, et ce même lorsque le sol est bien aéré. Cela est cohérent avec d'autres travaux, où des émissions de N_2O plus fortes ont été enregistrées par des sols à texture grossière que par des sols à texture fine, en raison de leur faible diffusivité des gaz favorisant la dernière étape de la dénitrification (Gu et al., 2013; Kaiser & Heinemeyer, 1996).

Ce postulat est en accord avec le modèle conceptuel proposé par Kim et al. (2022) (Figure 13), portant sur l'étude de la structure du sol en relation avec la production de N_2O par des résidus racinaires (Figure 13). Les résultats de l'étude de Kim et al. (2022) suggèrent qu'à WFPS égal (testé à respectivement à 40 % et à 70 %), les émissions de N_2O seraient plus fortes dans des sols dominés par des pores larges (> 30 µm) que dans les sols dominés par des pores fins (< 10 µm). Les auteurs avancent par conséquent que la structure du sol semble jouer un rôle encore plus important dans la production et le transfert du N_2O que la teneur en eau du sol.

Concernant les transferts de gaz dans le sol en relation avec le N_2O, la structure du sol influence l'activité microbienne, et contrôle par conséquent la production et les transports gazeux dans le sol. En partant de ce postulat, une structure du sol ne permettant pas un transport gazeux optimal sera traduite par de faibles valeurs mesurées de perméabilité à l'air et de diffusivité relative. Cela limite l'aération du sol donc potentiellement son oxygénation, favorisant l'anoxie et augmentant potentiellement les émissions ou la consommation de N_2O (Ball, 2013; Martínez et al., 2016). La perméabilité à l'air et la diffusivité relative des gaz sont par conséquent des paramètres pertinents dans l'étude des flux de N_2O et de l'oxygénation du sol (Ball, 2013).

Selon Rohe et al. (2021), il a été montré à plusieurs reprises que la diffusivité relative des gaz (*DP/D0*) est un bon facteur de prédiction de l'impact de la disponibilité de l'oxygène sur les émissions de N_2O et de N_2, en citant notamment les travaux de Balaine et al. (2016). Balaine et al. (2016) ont observé que les émissions de N_2O augmentaient de manière exponentielle

[22] Selon Kim et al. (2022), la minéralisation de la rhizosphère du sol en décomposition et imbibée d'eau est susceptible de générer des gradients de teneur en eau à l'échelle micrométrique dans la matrice du sol, et de créer des microsites anoxiques dont les conditions sont favorables à la dénitrification (l'effet « éponge »). Les auteurs affirment que la compréhension du fonctionnement de ce type de hotspot, soit la présence de matières organiques végétales en décomposition saturées en eau, est contre-intuitive. En effet, ces hotspots spécifiques peuvent être favorisés dans des conditions qui, selon la littérature, sont habituellement considérées comme non-propices à la production de N_2O par dénitrification, comme des sols bien aérés dont la texture est grossière, avec une structure bien développée et dominée par des pores dont le diamètre est supérieur à 30 µm.

lorsque la diffusivité relative des gaz diminuait, jusqu'à une valeur de *DP/D0* de 0.005. En dessous de cette valeur, les flux de N_2O ont diminué en raison de la réduction du N_2O en N_2 par dénitrification. Les auteurs tirent une conclusion intéressante de leurs observations : les analyses de régression menées ont montré que la diffusivité relative des gaz est plus adaptée que le WFPS pour expliquer les variations de concentration mesurées en N_2O et en N_2.

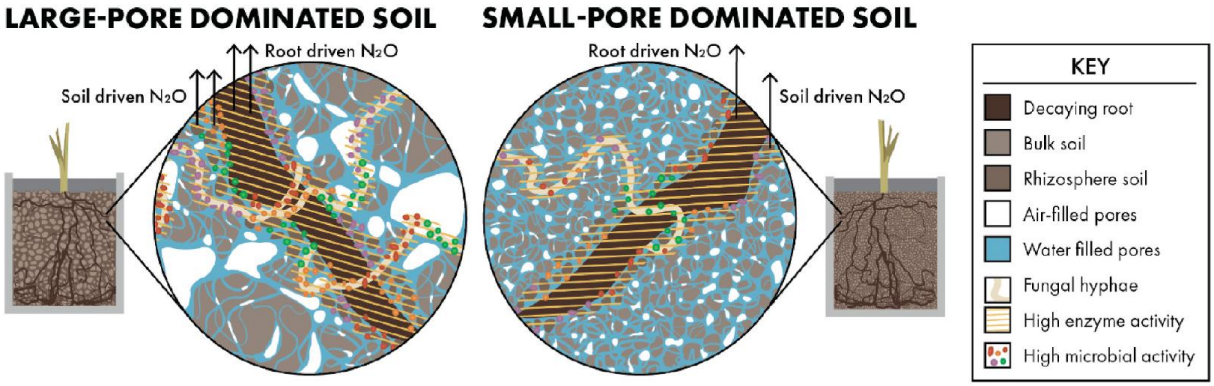


Figure 13 : Figure tirée de Kim et al. (2022). Modèle conceptuel représentant deux sols différents contenant des résidus végétaux en décomposition (hotspots potentiels) ; les deux sols ont été équilibrés aux mêmes WFPS. Le premier (à gauche) est dominé par des pores appartenant à la mésoporosité et à la macroporosité (> 30 µm), le second (à droite) est dominé par des pores appartenant à la microporosité (< 10 µm).
Les auteurs ont enregistré des flux de N_2O bien plus élevés émis par le sol dominé par de larges pores que par le sol dominé par des pores plus fins. Dans le sol à larges pores, le N_2O, produit à la fois par les racines en décomposition (situées proches des larges pores) et par la matrice du sol (par exemple au centre des agrégats), se transfère potentiellement beaucoup rapidement jusqu'à l'atmosphère que le sol à pores plus fins, privé de chemins préférentiels de diffusion du N_2O. Cela laisse à penser que dans ce cas précis (racines en décomposition stockant de l'eau et se transformant en hotspot potentiel), la structure du sol joue un rôle plus important en termes de production et de transfert de N_2O que la teneur en eau du sol.

En effet, bien que le WFPS soit utilisé comme un paramètre prédictif des émissions de N_2O, son calcul est la plupart du temps basé sur une seule valeur de masse volumique du sol (Balaine et al., 2016). Lorsque la masse volumique du sol est amenée à varier, le sol contiendra différents volumes de sol et d'eau à un WFPS donné. Cela fait par conséquent varier la relation entre le WFPS et les émissions de N_2O, et ajoute de l'incertitude (Ball, 2013; Farquharson & Baldock, 2008). Bien que le WFPS soit adéquat pour décrire les processus dans un sol unique dont la masse volumique est constante, l'utilisation du WFPS dans différents sols possédant différentes masses volumiques est problématique (Balaine et al., 2013; Farquharson & Baldock, 2008). Le potentiel matriciel est également considéré par certains auteurs comme un bon paramètre prédictif des flux de N_2O (Castellano et al., 2010). Cependant, cette approche ne permet pas de variation de la masse volumique du sol, ce qui est également problématique (Balaine et al., 2013).

C'est pourquoi Balaine et al. (2016) recommandent l'utilisation de la diffusivité relative des gaz (*DP/D0*) comme paramètre explicatif des émissions respectives de N_2O et de N_2 issues de la dénitrification ; en effet, la mesure du paramètre de la diffusivité relative des gaz intègre à la fois la masse volumique du sol et son potentiel matriciel donné à l'instant t, ce qui est avantageux. Les conclusions de Keller et al. (2019) corroborent également ce postulat. Les auteurs ont mené une étude sur l'influence de l'amendement de charbons et de matériaux carbonatés sur les émissions de N_2O et la diffusivité relative. Les résultats de leurs travaux montrent que lorsque les émissions de N_2O ne sont pas contrôlées directement par l'excès

d'azote épandu peu de temps après la fertilisation, la diffusivité relative des gaz est un facteur clé de contrôle des émissions de N_2O par des sols cultivés. Dans leur étude, l'épandage de charbons augmente la diffusivité relative des gaz et par extension l'aération du sol, ce qui a pour effet de réduire les émissions de N_2O. Les auteurs concluent que la dynamique de la diffusivité relative pourrait être utilisée comme paramètre indicateur des émissions de N_2O.

Cependant, Martínez et al. (2016) avancent que le fait de tirer des conclusions sur les émissions de N_2O à partir de valeurs de *DP/D0* n'est pas si évident, car d'autres facteurs proximaux comme la présence des communautés microbiennes adéquates, la température ainsi que la disponibilité en matières organiques contrôlent également l'aération du sol.

Lorsque les transferts gazeux sont empêchés par un tassement du sol, le risque d'émissions du N_2O augmente, en raison d'une modification de la conformation du réseau poreux. En effet, le réseau poreux n'est pas détruit. On observe plutôt une fermeture des pores initialement ramifiés, ainsi qu'une réduction du diamètre des pores tubulaires verticaux caractérisant les horizons profonds. Un tassement provoque en général une orientation artificielle du réseau poreux vers une direction donnée, ce qui affecte négativement la connectivité, la tortuosité, la taille des pores et les transferts gazeux. Cela favorise la mise en place de conditions anoxiques, induisant une respiration anaérobie et influençant par conséquent la production, le transfert et la réduction du N_2O (Pulido-Moncada et al., 2022). La Figure 14 résume les facteurs environnementaux essentiels influençant la production et le transfert du N_2O, en relation avec le tassement éventuel du sol à différentes profondeurs.

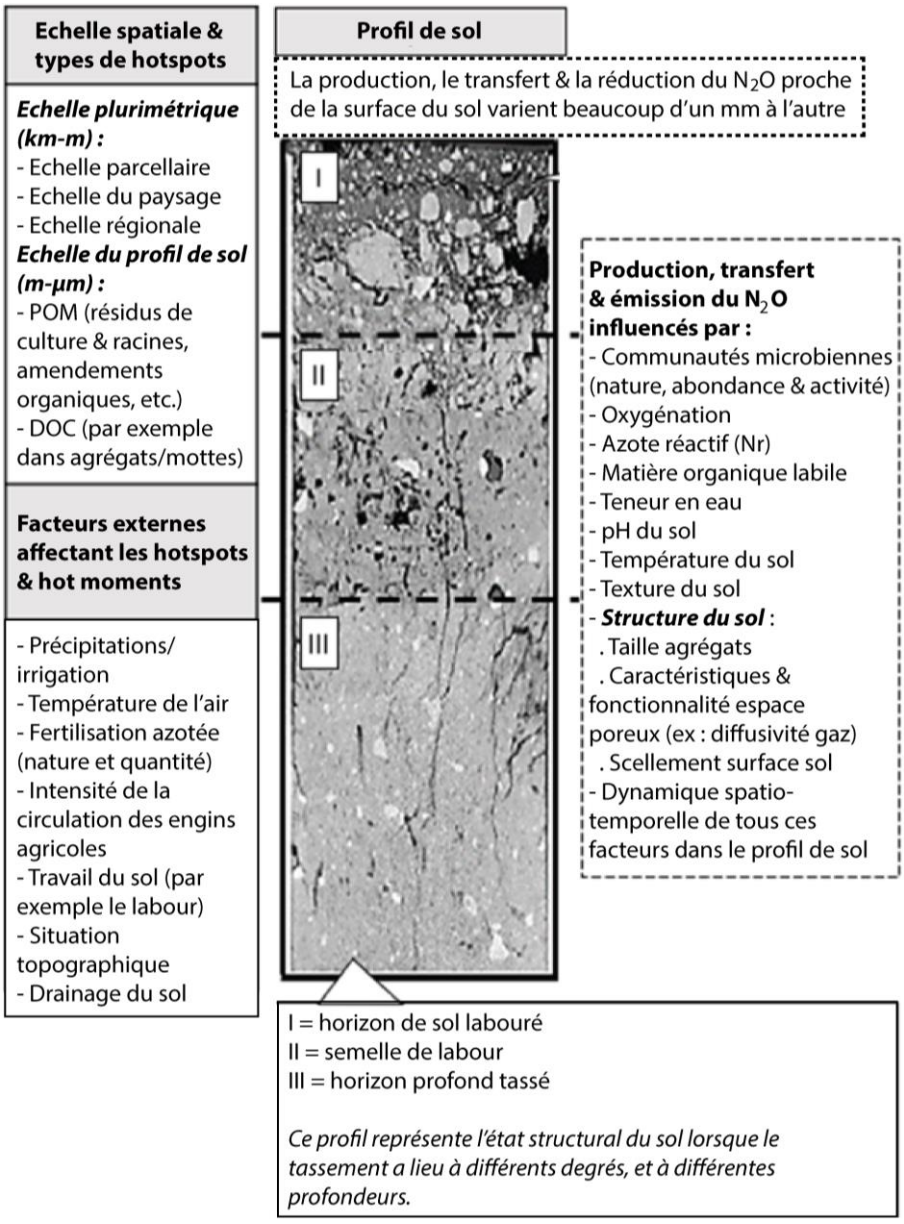


Figure 14 : Figure modifiée d'après Pulido-Moncada et al. (2022). Modèle conceptuel illustrant les principaux facteurs environnementaux influençant la production et les transferts de N_2O dans le sol, en relation avec le tassement éventuel du sol à différentes profondeurs.

8. Objectifs, démarche et questions de recherche

Quelques auteurs ont étudié la structure du sol par tomographie X à plusieurs échelles, impliquant différentes résolutions et tailles d'échantillons de sol (Houston et al., 2013; Lucas et al., 2020; Pot et al., 2020; Vogel et al., 2010). Cependant, aucune des problématiques scientifiques de ces travaux n'avaient directement trait à la production ou aux émissions de N_2O. À notre connaissance, aucun auteur n'a étudié les émissions de N_2O en lien avec la structure du sol par tomographie X à plusieurs échelles, conjointement avec d'autres facteurs proximaux considérés comme explicatifs des émissions dans la littérature. L'objectif de la thèse est donc de préciser le déterminisme des émissions de N_2O, en relation avec l'étude de la structure du sol par tomographie X à deux échelles différentes, et l'étude de la structure de manière indirecte via la caractérisation des transferts gazeux.

L'état des connaissances donne un aperçu de la complexité des processus biogéochimiques à l'œuvre lors de la production, du transfert et des émissions de N_2O, et de la variabilité spatio-temporelle associée. Au regard de ces observations et pour répondre à l'objectif de la thèse, il a été choisi d'adopter deux démarches successives :

- La première est une démarche inductive : les émissions de N_2O par les sols d'une parcelle agricole ont été étudiées *in situ*. Cette approche a le grand avantage **d'intégrer**, lors de la mesure des émissions nettes de N_2O, l'influence de tous les facteurs distaux et proximaux, y compris l'influence de la structure du sol en place, jouant sur la production, la réduction éventuelle du N_2O en N_2 et le transfert du N_2O. L'étude a été réalisée de manière synchronique, c'est-à-dire basée sur une seule campagne de terrain d'une durée de trois jours (du 18 au 20 mai 2021).
  L'objectif était d'étudier la situation environnementale à l'instant t, en s'affranchissant ainsi du caractère dynamique des émissions de N_2O, de la structure du sol et des autres facteurs jouant sur la production et les transferts. En parallèle de la mesure des émissions de N_2O avec une chambre atmosphérique dynamique (*Fast-box*), des cylindres de sol de plusieurs tailles ont été échantillonnés de manière stratifiée sur des placettes jugées pertinentes, afin de caractériser la structure du sol à deux échelles, ainsi que des paramètres de transfert gazeux. Du sol en vrac a également été prélevé sur les mêmes placettes d'intérêt, afin de caractériser d'autres facteurs proximaux influençant les émissions de N_2O. Les placettes de sol échantillonnées ont été choisies selon l'intensité des émissions de N_2O mesurées, et selon les pratiques agricoles et degrés de tassement étudiés induisant des structures contrastées. L'évaluation de ce protocole représente également un objectif méthodologique.
- La seconde démarche est de se placer en conditions contrôlées en laboratoire, afin d'étudier plus précisément le lien entre émissions de N_2O et structure du sol, après un apport d'eau simulant une pluie. L'objectif était de s'affranchir de certains paramètres contrôlant la variabilité des émissions de N_2O. Dans cette optique, l'eau apportée au sol a été fertilisée afin d'atteindre des conditions non limitantes en azote, et l'expérimentation a été menée à une température stable. Les volumes de sol ayant reçu un apport d'eau fertilisée ont été scannés par tomographie X pour caractériser la macrostructure, afin d'étudier *in fine* l'influence de la macrostructure du sol sur les émissions de N_2O observées.

Quelle que soit la démarche mise en œuvre (*in situ* ou en laboratoire), la structure du sol a été étudiée à partir de cylindres de sol non déstructurés. Un plan général de la thèse est présenté en Figure 15, récapitulant les objectifs, la démarche adoptée et les questions de recherche formulées.

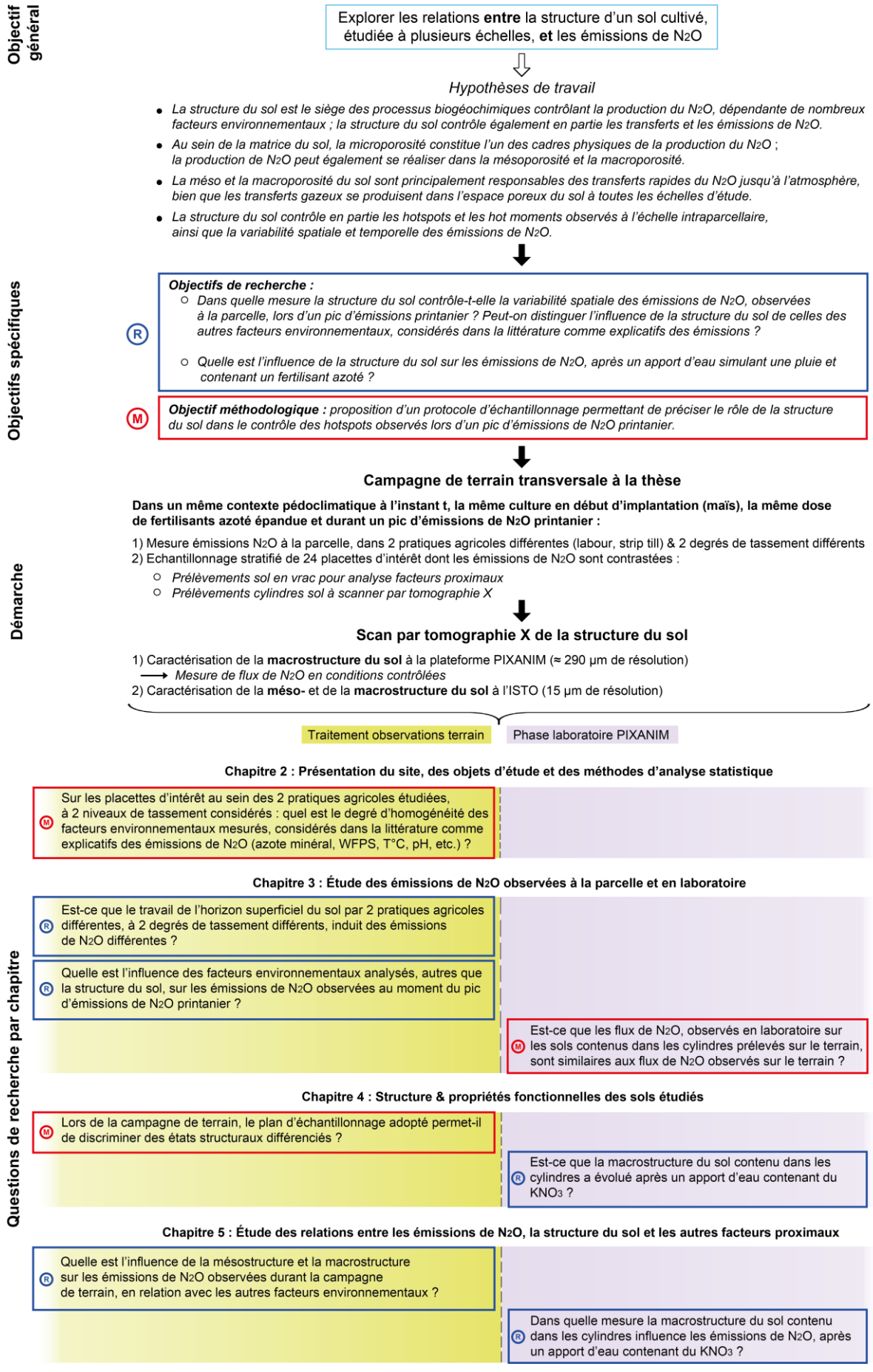


Figure 15 : Plan de la thèse : objectifs, démarche & questions de recherche.

Chapitre 2 : présentation du site, des objets d'étude et des méthodes d'analyse statistique

En premier lieu, le contexte climatique, géologique, pédologique et agricole de la parcelle étudiée est présenté. Puis les différentes étapes de la campagne de terrain sont exposées, suivies d'une présentation de l'expérimentation menée en laboratoire à la plateforme PIXANIM. Les méthodes statistiques utilisées tout au long du manuscrit seront également abordées. Enfin, une description des facteurs proximaux analysés sur les sols de la zone d'étude, au sein des quatre modalités de travail du sol étudiées (*strip till tassé*, *strip till non-tassé*, *labour tassé*, *labour non-tassé*), est présentée.

1. Description de la zone d'étude

1.1. Présentation de l'Observatoire Spatialisé Orléanais des Sols (OS²)

Depuis 2008, de nombreuses études pédologiques ont été menées par l'INRAE sur l'Observatoire Spatialisé Orléanais des Sols. Le site OS² est localisé dans le département d'Eure-et-Loir, à environ 20 km au sud-est de Chartres (Figure 16) ; il se situe à cheval entre la plaine céréalière de Beauce-Chartraine à l'est, et la région du Faux-Perche à l'ouest.



Figure 16 : Localisation de l'Observatoire Spatialisé Orléanais des Sols (OS²).

Le site OS², mesurant environ 20 km², est compris dans le bassin versant de la Loire. Il est composé d'un ensemble d'exploitations agricoles en activité et produisant essentiellement des céréales. Depuis 2008, l'INRAE a réalisé sur les parcelles d'OS² des expérimentations autour de problématiques diverses (régime hydrique des sols, dynamique des émissions de gaz à effet de serre, structure du sol, etc.). Les pratiques agricoles (assolements, type de travail du sol, fertilisation, etc.) sont ainsi recensées depuis 2008 grâce à des enquêtes. La zone

d'étude de ce travail de thèse se situe sur une parcelle agricole du site OS[2]. La localisation précise n'est pas exposée par souci de confidentialité, selon le Règlement européen Général de Protection des Données (RGPD).

1.2. Climat et météorologie

1.2.1. Climat de la zone d'étude

Le climat qui caractérise la zone d'étude est de type océanique altéré (Météo-France, 2023, dernier accès le 03/10/2023). Les chroniques météorologiques utilisées pour décrire le climat (diagramme ombrothermique en Figure 17) et la météo de la zone d'étude (Figure 18 & Figure 19) proviennent de la station météorologique implantée sur la commune de Champhol (28), jouxtant Chartres (latitude = 48.465°N, longitude = 1.503°E, 155 m au-dessus du niveau de la mer), située à 23 km de la zone d'étude. Les données ont été extraites de la base de données INRAE *Climatik* (2023).

Les chroniques climatiques (valeurs de températures et de précipitations mensuelles) ont été moyennées depuis 1990 jusqu'à 2021, afin d'être représentatives du climat de la zone (Figure 17). Une amplitude thermique marquée est observée entre l'été et l'hiver, avec des températures moyennes mensuelles qui s'échelonnent entre 4 °C en novembre et 19 °C en juillet. Les précipitations se répartissent de manière relativement uniforme tout au long de l'année, avec une somme des précipitations annuelles d'environ 602 mm.

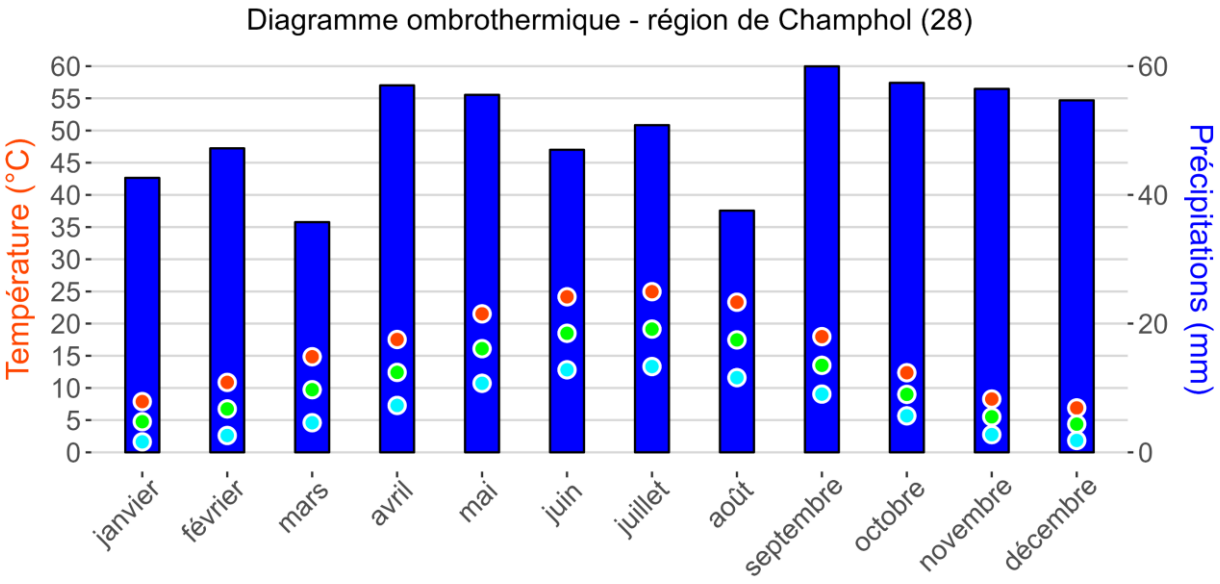


Figure 17 : Diagramme ombrothermique caractéristique du climat de la zone d'étude, réalisé grâce aux valeurs des précipitations mensuelles (bleu foncé) et des températures mensuelles minimums (bleu ciel), moyennes (vert) et maximums (rouge). Les valeurs mensuelles ont été moyennées de 1990 à 2021, afin d'être représentatives du climat de la zone. L'ensemble des valeurs provient de la station météorologique de la commune de Champhol (base de données INRAE *Climatik*, 2023, dernier accès le 04/10/2023).

1.2.2. Météorologie de la zone d'étude avant et pendant la campagne de terrain

Il est intéressant d'avoir un aperçu des températures et des précipitations caractérisant la zone d'étude quelques jours avant les mesures de N_2O et les prélèvements. Cela permet

d'estimer si de forts épisodes d'émissions de N_2O ont potentiellement eu lieu, même si non-enregistrés. En effet la dénitrification, considérée comme étant la réaction chimique principale de production du N_2O (Bateman & Baggs, 2005), ne se produit efficacement qu'à des températures supérieures à 11 °C (Stanford et al., 1975) et à une valeur de WFPS située au-delà de 60 % (Davidson, 1992; Linn & Doran, 1984).

La température de l'air influence fortement la température du sol. Cependant, une latence existe entre la température de l'air et celle du sol, en raison de la capacité thermique du sol plus élevée que celle de l'air. En effet, la température du sol mesurée à un instant t est considérée comme intégratrice de la température de l'air des jours précédents (Zheng et al., 1993). A une profondeur de 10 cm, le sol atteindrait la même température que l'air avec un délai d'environ 4h à 6h (Lee, 1978). Concernant les émissions de protoxyde d'azote, la fluctuation journalière de la température du sol est fortement associée à une fluctuation des émissions de N_2O (Goodroad & Keeney, 1984; Smith et al., 1998).

Les températures mesurées depuis le début du mois de mai 2021 jusqu'à la campagne de terrain (campagne réalisée du 18 au 20 mai 2021) sont hétérogènes (Figure 18). Des nuits froides (T°C ≈ 0 °C) caractérisent le début du mois jusqu'à une période de redoux aux alentours du 09 mai 2021, où les températures nocturnes et journalières s'échelonnent entre 13 °C et 26 °C. A partir du 10 mai jusqu'au 20 mai 2021, les amplitudes thermiques entre le jour et la nuit se sont stabilisées, avec des températures s'échelonnant approximativement entre 5 °C la nuit et 16 °C le jour. Les températures maximales (≈ 16 °C) relevées au cours du mois de mai 2021 étaient par ailleurs en dessous des normales de saisons (température maximale mensuelle moyennée sur 31 ans d'environ 22 °C, Figure 17). Des précipitations faibles et régulières ont été observées du 01 au 17 mai 2021. La somme des précipitations s'élève à 63 mm entre le 01 et le 17 mai 2021, soit une valeur comparativement plus élevée que la somme des précipitations moyennes mensuelles calculée de 1990 à 2021 (Figure 17).

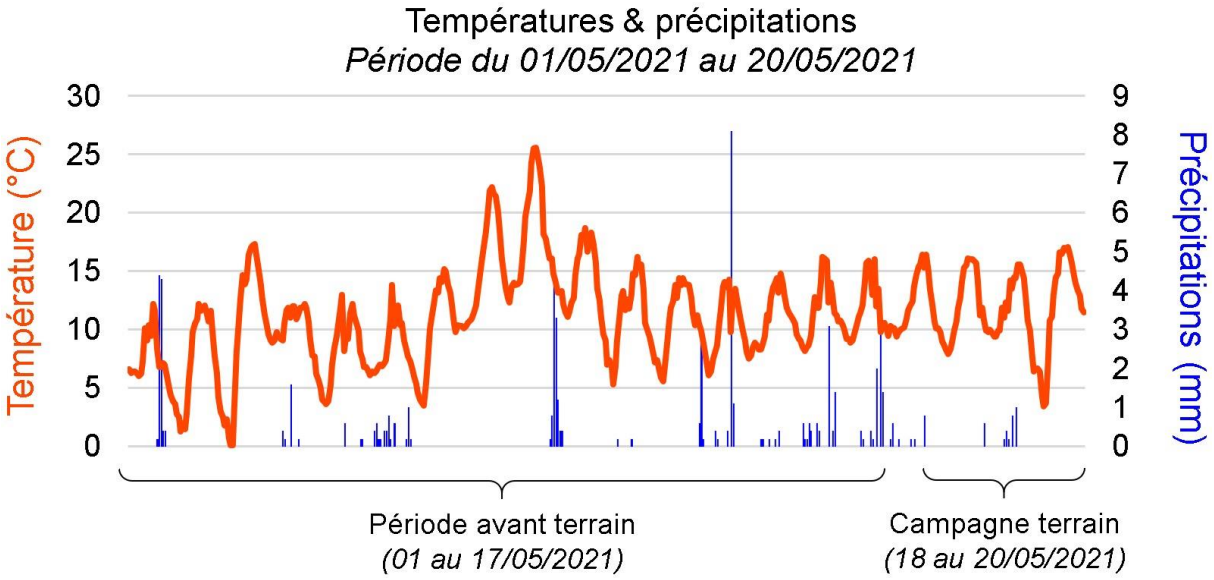


Figure 18 : Dynamique des températures instantanées horaires (°C) et des précipitations horaires (mm), mesurées du 01 au 20/05/2021. L'ensemble des valeurs provient de la station météorologique de la commune de Champhol (base de données INRAE *Climatik*, 2023, dernier accès le 04/10/2023).

Globalement, les températures de l'air mesurées au cours du mois de mai 2021 étaient favorables aux émissions de N_2O durant les après-midis, lorsque ces dernières dépassaient 11 °C et en comptant le délai d'échauffement de l'horizon superficiel. Des précipitations faibles mais régulières observées au cours du mois de mai 2021 sont également propices aux émissions de N_2O, car augmentant potentiellement l'humidité du sol. Cela est susceptible d'induire une augmentation du WFPS, soit une diminution de l'aération du sol donc de son oxygénation.

Les amplitudes de température entre le jour et la nuit, mesurées durant la phase de terrain du 18 au 20 mai 2021, sont relativement stables (Figure 19). Les températures maximales atteignent des valeurs d'environ 16-17 °C en journée. Les températures minimales sont plus variables, avec des valeurs variant de 9 °C (nuit du 18 au 19 mai 2021) à 3 °C (nuit du 19 au 20 mai 2021). Concernant les précipitations, les pluies enregistrées au cours de ces trois jours sont faibles, avec une somme de 3.2 mm de pluie au total. Toutefois, une somme de 2.6 mm de pluie a été enregistrée entre 08h00 et 15h00 le 19 mai 2021, soit durant le second jour de terrain. Cela est susceptible d'avoir influencé les émissions de N_2O mesurées le même jour. De même, la fluctuation journalière des températures a probablement également influencé les émissions de N_2O mesurées lors de la campagne. Une température de 11 °C a été en effet mesurée à 08h00 les 18, 19 et 20 mai 2021, contre une température de 15-16 °C mesurée à 18h00. Les mesures de N_2O ont donc été réalisées dans un laps de temps où les températures ont évolué de 4-5 °C entre le début et la fin de la journée, ce qui est susceptible d'influencer l'activité métabolique des communautés microbiennes nitrifiantes et dénitrifiantes, donc *in fine* les émissions de N_2O (Goodroad & Keeney, 1984; Maag & Vinther, 1996; Smith et al., 1998). Ces éléments seront à prendre en compte lors de l'interprétation des émissions de N_2O observées (chapitre 3).

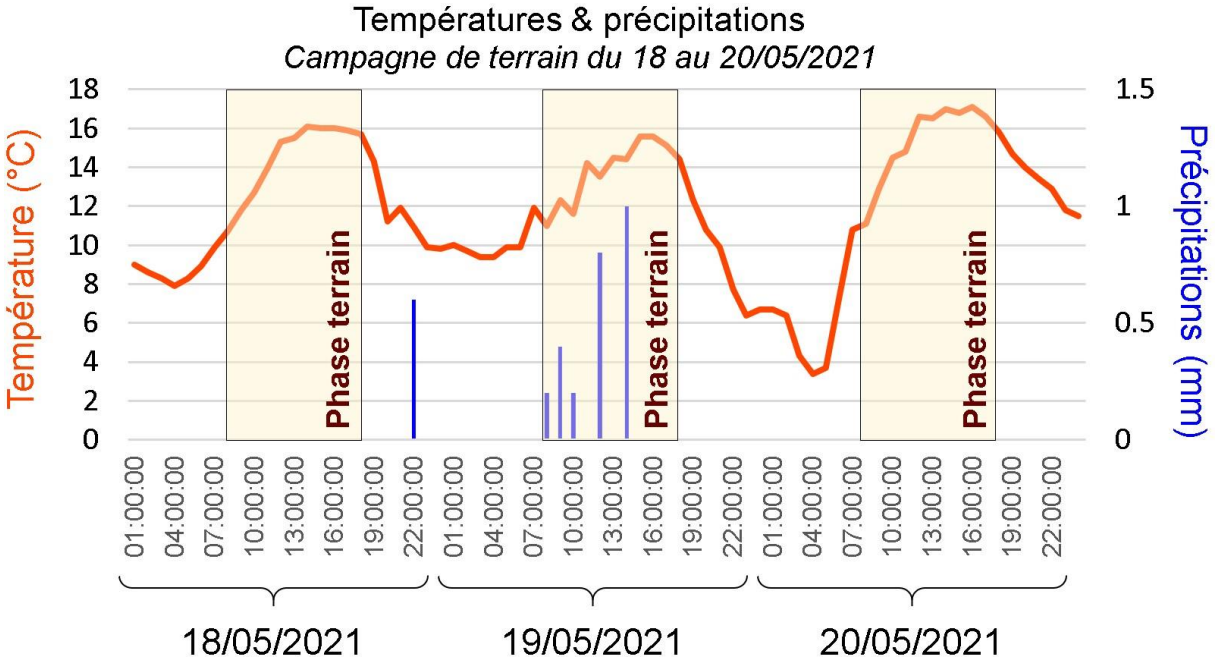


Figure 19 : Dynamique des températures instantanées horaires (°C) et des précipitations horaires (mm) mesurées lors de la phase de terrain du 18, 19 et 20/05/2021. L'ensemble des valeurs provient de la station météorologique de la commune de Champhol (base de données INRAE *Climatik*, 2023, dernier accès le 04/10/2023).

1.3. Lithologie affleurante

Les informations relatives à la géologie du secteur sont issues de la notice explicative de la carte géologique d'Illiers-Combray n°290 (Gigot, 1984), au sein de laquelle est située la zone d'étude. L'histoire géologique, la coupe stratigraphique et la géologie structurale de la région d'Illiers-Combray sont disponibles en annexe 1.

Sur le secteur décrit par la carte géologique d'Illiers-Combray, la seule formation secondaire datant du Crétacé inférieur (**$C_{1\text{-}2}$**), nommée les Sables du Perche, n'affleure que ponctuellement sur le secteur (Figure 20). Trois affleurements ont été recensés en bordure du lit de certains affluents du Loir, dont la compétence érosive a dû être suffisante pour inciser en profondeur la pile sédimentaire. Le reste de la lithologie développée sur le territoire d'Illiers-Combray est dominée par des formations tertiaires et quaternaires.

La **formation $e_{1\text{-}4}$ des Argiles à silex** est ubiquitaire sur le secteur d'Illiers-Combray, et **constitue le substratum de la zone d'étude** de ce travail de thèse (Figure 20). Les argiles à silex ont été formées à partir des résidus de l'érosion météorique de la craie blanche à silex, déposée au Crétacé supérieur et altérée par les agents atmosphériques au cours du Paléogène inférieur. La formation est appelée communément *Argiles à silex du Sparnacien* (Yprésien inférieur). Sa puissance est de 30 mètres en moyenne, et atteint 40 mètres par endroit dans le quart Est de la feuille d'Illiers-Combray. L'omniprésence des Argiles à silex sur le secteur induit de fait une densité importante du réseau hydrographique en raison de l'imperméabilité de la formation, générant des alluvions fluviatiles datées du quaternaire. Le caractère méandriforme des cours d'eau est à l'origine d'un décapage local du placage limoneux quaternaire, couvrant à l'origine potentiellement l'intégralité de la formation des argiles à silex.

Les limons des plateaux (**LP**), déposés par les vents durant les glaciations du Quaternaire sur les Argiles à silex, présentent une puissance d'environ 1 à 3 mètres ; pour être cultivé, ils nécessitent un drainage en raison de l'imperméabilité de leur substratum, les Argiles à silex.

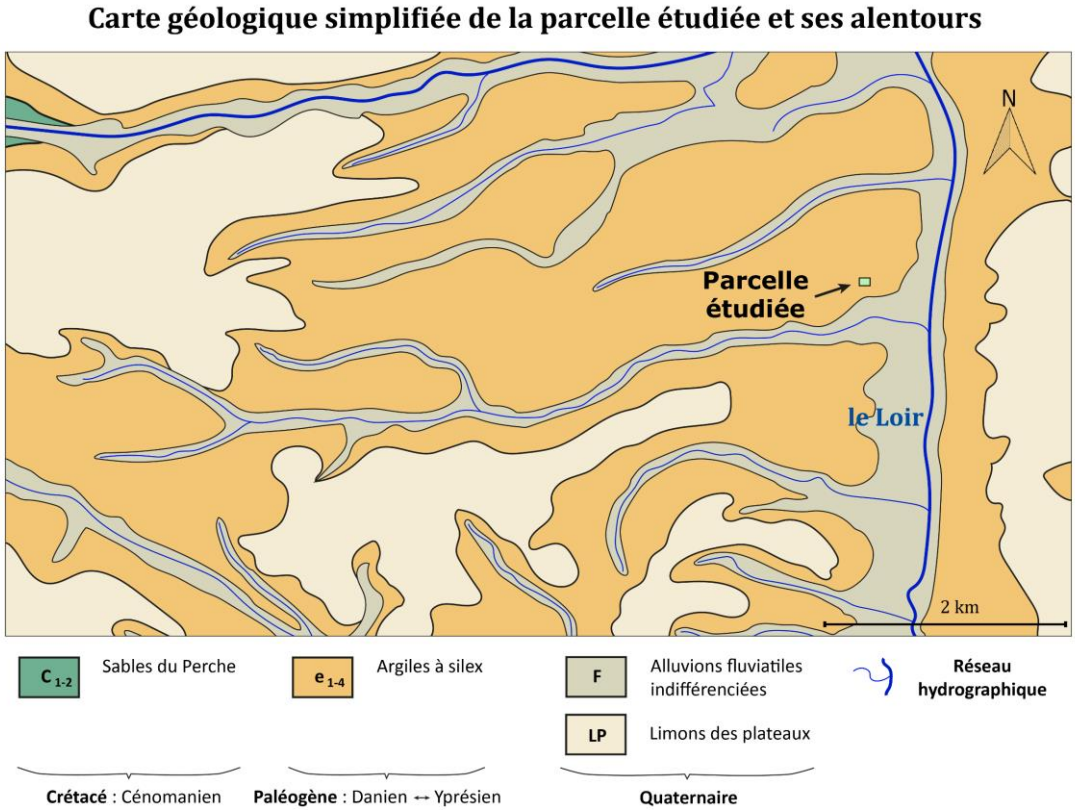


Figure 20 : Carte géologique simplifiée de la parcelle étudiée et ses alentours. La couverture pédologique de la parcelle étudiée est développée sur la formation géologique imperméable des Argiles à silex (e_{1-4}).

1.4. Pédologie

1.4.1. Typologie des sols rencontrés sur le site OS²

Le site d'OS² présente principalement des sols hautement fertiles (Franqueville et al., 2018) à texture limoneuse (Figure 21), avec une charge caillouteuse variable composée essentiellement de silex. La couverture pédologique présente des traits d'hydromorphie généralisés sur toute la zone en raison de l'imperméabilité du substratum géologique agissant comme aquiclude (Argiles à silex, Figure 20). Cependant, les parcelles sont majoritairement drainées (Grossel et al., 2016), de même que les sols de la parcelle étudiée au cours de la thèse. Environ 87 % de la couverture pédologique d'OS² est équipée de drains (Bureau, 2017).

Les sols développés sur le site d'OS² sont essentiellement des Luvisols, mais également des Fluviosols bordant la rivière du Loir et des Colluviosols de bas de pente (appellations selon le référentiel pédologique de 2008, Baize & Girard, 2009). La typologie du sol de la parcelle étudiée correspond au *Luvisol typique rédoxique de Beauce Chartraine* (Figure 21).

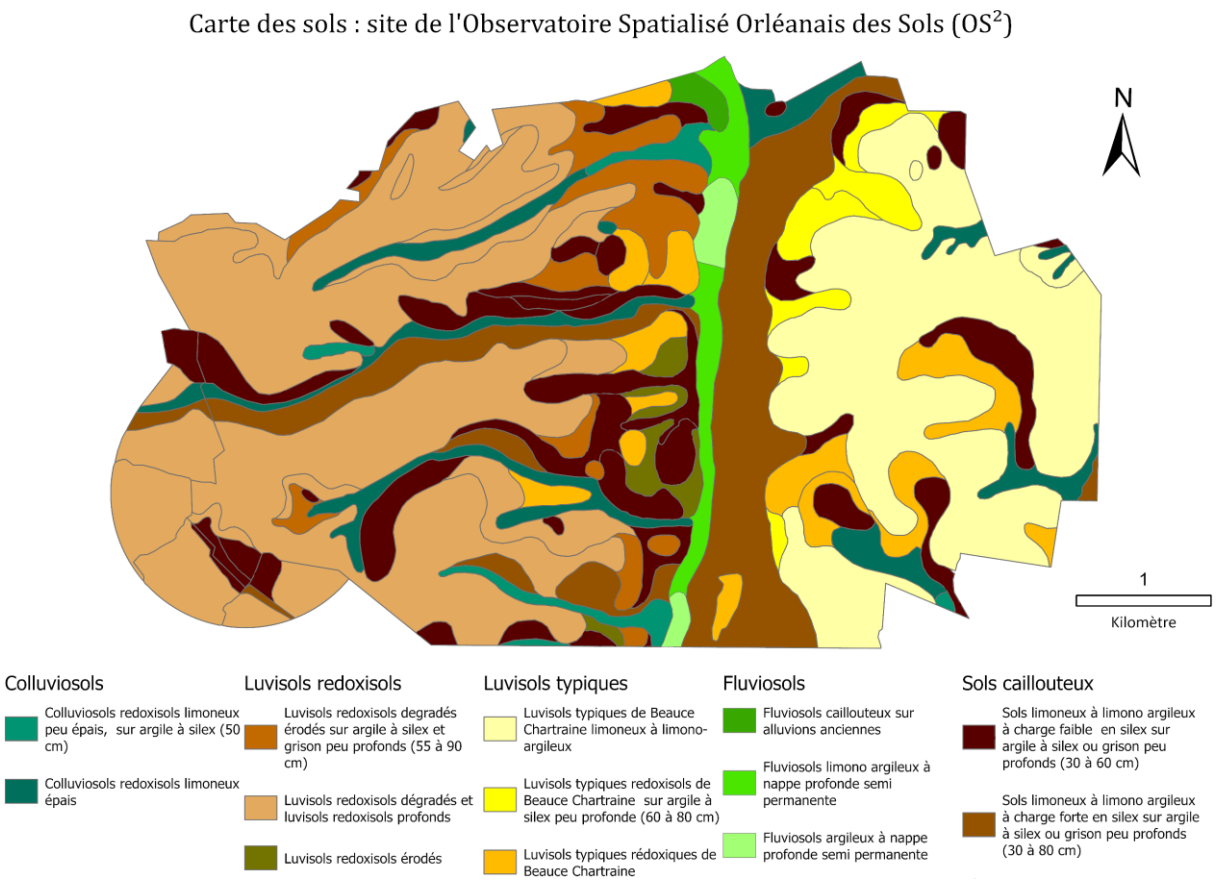


Figure 21 : Carte pédologique de l'Observatoire Spatialisé Orléanais des Sols (OS²). La typologie du sol de la parcelle étudiée correspond au *Luvisol typique rédoxique de Beauce Chartraine*.

1.4.2. Pédologie de la zone d'étude

L'intégralité de la surface de la parcelle étudiée est située sur une **même typologie** de sol, afin d'écarter de l'analyse un facteur environnemental potentiel (typologie du sol) influençant les émissions de N_2O.

La description d'une fosse pédologique n'a pas été réalisée sur la parcelle étudiée, en revanche un profil de sol a été établi au moyen d'un sondage à la tarière. Aucun indice d'une éventuelle semelle de labour n'a été observé lors du sondage. Cela qui ne signifie pas pour autant qu'une semelle de labour ne soit pas développée, car cette dernière peut être discontinue.

Des traits d'hydromorphie ont été observés dans les horizons profonds, avec des taches rédoxiques apparaissant à partir de 30 centimètres de profondeur jusqu'au matériau parental, notamment des taches d'oxydation couleur rouille et des concrétions Fe-Mn (Tableau 2). L'hydromorphie n'est toutefois pas marquée, en raison d'une matrice de sol brunâtre non-décolorée, soit une absence de bariolage caractéristique gris clair (indicateur d'une déferrification) et taches de rouille. Ces traits rédoxiques sont probablement synonymes d'une hydromorphie fossile datant d'avant la mise en place des drains.

Tableau 2 : Observations de terrain du sol développé sur la parcelle étudiée.



Profondeur (cm)	Horizons	Texture (appréciation terrain)	Eléments grossiers (volume, %)	Traits pédologiques & autre
0-10	E	LA / L	≈ 5% (silex)	Présence chaumes maïs
20				
30				
40	BT1	LA / AL	< 5%	• Tâches d'oxydation (rouille)
50				• Nodules ferro-manganiques noirs
60				
70	BT2	AL	≈ 10% (silex)	• Tâches d'oxydation (rouille)
80				• Nodules ferro-manganiques noirs
90				
90-105				
Matériau parental sous-jacent : Argiles à silex **(e 1-4)** du Paléogène inférieur				

Le sol de la zone d'étude est classé en tant que **Luvisol rédoxique** (appellation selon le référentiel pédologique de 2008, Baize & Girard, 2009). Les éléments qui permettent de proposer cette typologie sont, d'une part, la différence morphologique entre l'horizon superficiel (horizon E), appauvri en argiles par éluviation, et les deux horizons de subsurface (horizon BT), enrichis en argiles par illuviation (Tableau 2). D'autre part, le qualificatif « rédoxique » peut être ajouté, car le sol présente des taches d'oxydation couleur rouille dans les horizons de subsurface. Selon la classification internationale de l'IUSS, la typologie proposée pour qualifier le sol de la zone est *Ferric Luvisol* (IUSS Working Group WRB, 2015, 2022).

1.4.3. Caractéristiques physico-chimiques de l'horizon superficiel de la parcelle

Plusieurs facteurs physico-chimiques de l'horizon superficiel du sol de la parcelle (texture, carbone et azote total, pH et CEC) ont été analysés au Laboratoire d'Analyses des Sols INRAE (LAS, accrédité COFRAC) situé à Arras, à partir de 24 échantillons de sol en vrac. La méthodologie des prélèvements de sol est présentée dans la suite du chapitre. La masse volumique a été acquise au laboratoire Agroscope (Zürich, Suisse) (chapitre 4).

Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques de l'horizon superficiel du sol de la zone d'étude. Au total, 24 échantillons de sol en vrac ont été prélevés de 0 à 7 cm de profondeur. La méthodologie des prélèvements de sol est détaillée dans la suite de ce chapitre (paragraphe 2.5 : *Prélèvement de sol sur les placettes d'intérêt*).

Paramètre	Minimum	Médiane	Maximum
Argile (0-0.002 mm, g/kg)	147.0	178.5	203.0
Limon (0.002-0.05 mm, g/kg)	763.0	778.5	812.0
Sable (0.05-2 mm, g/kg)	34.0	42.5	49.0
C tot (g/kg)	8.9	11.6	13.8
N tot (g/kg)	1.1	1.3	1.6
C/N	8.0	8.6	9.6
pH	5.9	6.5	7.2
CEC (cmol+/kg)	9.2	10.8	12.9
Masse volumique (g/cm3)	1.2	1.4	1.5

2. Campagne de terrain

2.1. Objectif de la campagne de terrain

L'objectif de la campagne de terrain (18 au 20 mai 2021) était de caractériser plusieurs états structuraux contrastés au sein d'une même typologie de sol, afin d'étudier l'influence de la structure du sol sur les émissions de N_2O en contexte cultivé. Ces différents états structuraux ont été provoqués par le travail de l'horizon superficiel par deux pratiques agricoles : le labour, et le strip till[23]. Au sein de ces zones travaillées en labour ou en strip till, la structure du sol a été étudiée à deux degrés de tassement différents : dans les traces de passage de l'engin agricole, et hors de ces traces, là où le sol n'est pas tassé. Au total, quatre modalités de travail du sol ont été étudiées. Ces modalités sont nommées, tout au long du manuscrit, *labour non-tassé*, *labour tassé*, *strip till non-tassé*, *strip till tassé*.

Le choix des pratiques agricoles étudiées (strip till et labour) a été guidé par la nécessité d'obtenir des états structuraux différenciés, afin de mettre en lumière l'influence éventuelle de la structure du sol sur les émissions de N_2O. L'idéal aurait été de pouvoir étudier une zone de parcelle cultivée par exemple en semis direct et une zone labourée, afin d'obtenir des structures de sol les plus différentes possibles. Néanmoins durant cette période de Covid-19, seul un exploitant agricole sur le secteur d'OS[2] était en mesure de prêter sa parcelle en vue de l'expérimentation, et répondait précisément à notre besoin de structure différenciée. Le strip till et le labour ont été également mis en œuvre pour les besoins de l'exploitation.

2.2. Préparation de la parcelle étudiée en vue de la campagne de terrain

La parcelle étudiée est une bande de terre mesurant 36 m de large sur 60 m de long environ, localisée en bordure d'un chemin d'exploitation (Figure 22). La parcelle a été labourée intégralement à 25 cm de profondeur en décembre 2020, soit 6 mois avant la campagne de terrain. L'exploitant a par la suite laissé reposer le sol jusqu'en mai 2021. Le 5 mai, l'agriculteur a semé du maïs, puis a épandu l'équivalent de 160 unités d'azote sur l'ensemble de la parcelle (apport réparti sur deux jours consécutifs), sous la forme d'une solution azotée (39 % d'azote dans la solution, avec 50 % d'urée, 25 % d'ammonium et 25 % de nitrate).

Lors du semis du maïs le 5 mai 2021, le sol de la parcelle a été travaillé en labour et en strip till (ou reprise de labour TCS) afin de répondre aux besoins de l'expérimentation. Sur la moitié de la parcelle travaillée en strip till (18 m de large), les lits de semence étaient séparés par un inter-rang de 70 cm (sol non-travaillé). Les lits de semence mesuraient environ 10 cm de large et 10 cm de profondeur. L'autre moitié de la parcelle a été travaillée avec un labour conventionnel, à 25 cm de profondeur. De plus, le sol a été localement tassé, dans les deux modalités de travail du sol, par le passage de l'engin nécessaire au semis du maïs et à sa fertilisation. Il est à noter que la phase de terrain a été réalisée en période de germination du maïs, occasionnant par conséquent la présence de petites plantules.

[23] Le strip till consiste en un « *travail ciblé du sol de la future ligne de semis, et absence de travail entre ces lignes* » (Labreuche et al., 2014). Le strip till est une TCS (Technique Culturale Simplifiée).

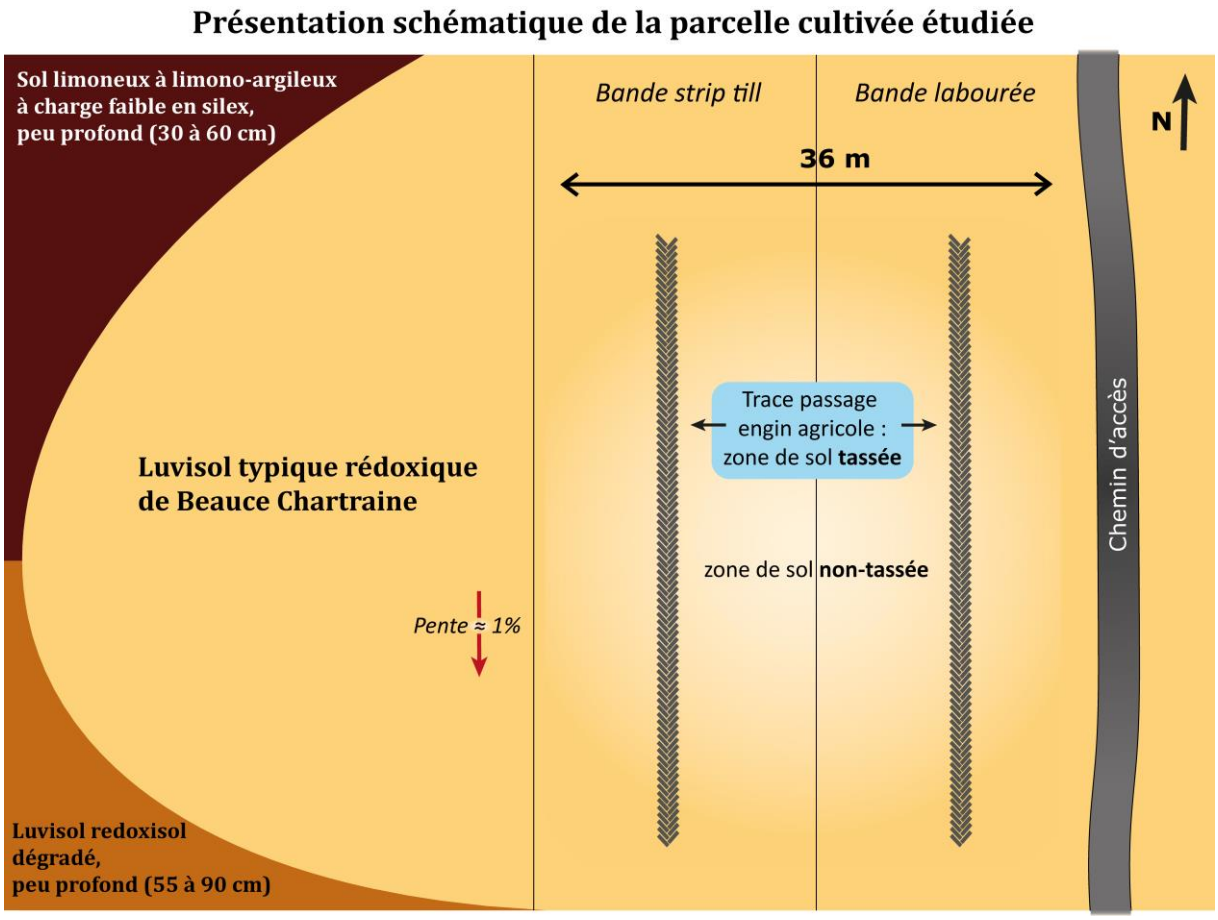


Figure 22 : Présentation schématique de la parcelle cultivée étudiée. Une pente douce de 1 % vers le sud caractérise la topographie de la zone (Géoportail, 2023).

2.3. Mesures spatialisées des émissions de N_2O durant la campagne de terrain

Afin de pouvoir interpréter correctement des mesures spatialisées de N_2O, acquises de manière synchronique à l'échelle intraparcellaire, il est nécessaire de s'affranchir d'un maximum de facteurs environnementaux susceptibles de faire varier les émissions. La campagne de terrain s'est par conséquent déroulée dans un même contexte pédoclimatique, durant le pic d'émissions de N_2O printanier sur OS² (cf. chapitre 3), sur une période de temps courte (mesures de N_2O du 18 au 19 mai 2021), pour une même dose de fertilisant azoté épandue et au début de l'implantation d'une culture de maïs.

Au sein de chacune des quatre modalités de travail du sol précédemment évoquées (*labour non-tassé*, *labour tassé*, *strip till non-tassé*, *strip till tassé*), les émissions de N_2O ont été mesurées sur 20 placettes de sol différentes, ce qui représente au total 80 mesures de flux de N_2O (Figure 23). Les émissions de N_2O, acquises au moyen d'une chambre atmosphérique nommée *fast-box* (23.5 cm de côté, base carrée) et d'un spectromètre laser, sont mesurées en g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (détails de la méthode de mesure des flux de N_2O en chapitre 3). La teneur en eau massique et la température du sol ont été échantillonnées à côté de chacune des 80 placettes de mesure du N_2O (détails ci-après).

Sur les zones de la parcelle travaillées respectivement en labour conventionnel (*labour non-tassé*) et en strip till (*strip till non-tassé*), les émissions de N_2O ont été mesurées sur un

maillage systématique carré de 3 m par 3 m. Sur les zones tassées par le passage de l'engin agricole, les émissions de N_2O ont été mesurées le long d'un transect avec un espacement de 3 m entre chaque mesure, respectivement dans la zone de la parcelle travaillée en labour (*labour tassé*), et la zone travaillée en strip till (*strip till tassé*).

Concernant la zone travaillée en strip till, il a été décidé de mesurer le N_2O uniquement sur des placettes situées dans les inter-rangs des lits de semence, soit sur la partie où le sol est non-travaillé. Cela permet d'éviter le cas trop spécifique d'une mesure de N_2O réalisée à la fois sur un sol non-travaillé et un sol fragmenté par le lit de semence.

Le 18 mai 2021, 20 mesures de flux de N_2O ont été réalisées sur les placettes de sol dans la modalité *labour non-tassé* (maillage systématique), et 20 mesures dans la modalité *labour tassé* (traces de passage de l'engin agricole). Le 19 mai 2021, 20 mesures ont été effectuées dans la modalité *strip till non-tassé*, et 20 mesures dans la modalité *strip till tassé* (Figure 23).

Il est à noter que l'ensemble des mesures de N_2O à la fast box a été réalisé de manière aléatoire entre les modalités de travail du sol (exemple : une mesure en *labour non-tassé*, puis une mesure en *labour tassé*, etc.), afin de s'affranchir au maximum de la variation de la température tout au long des journées de mesures des flux de N_2O (18 et 19 mai 2021).

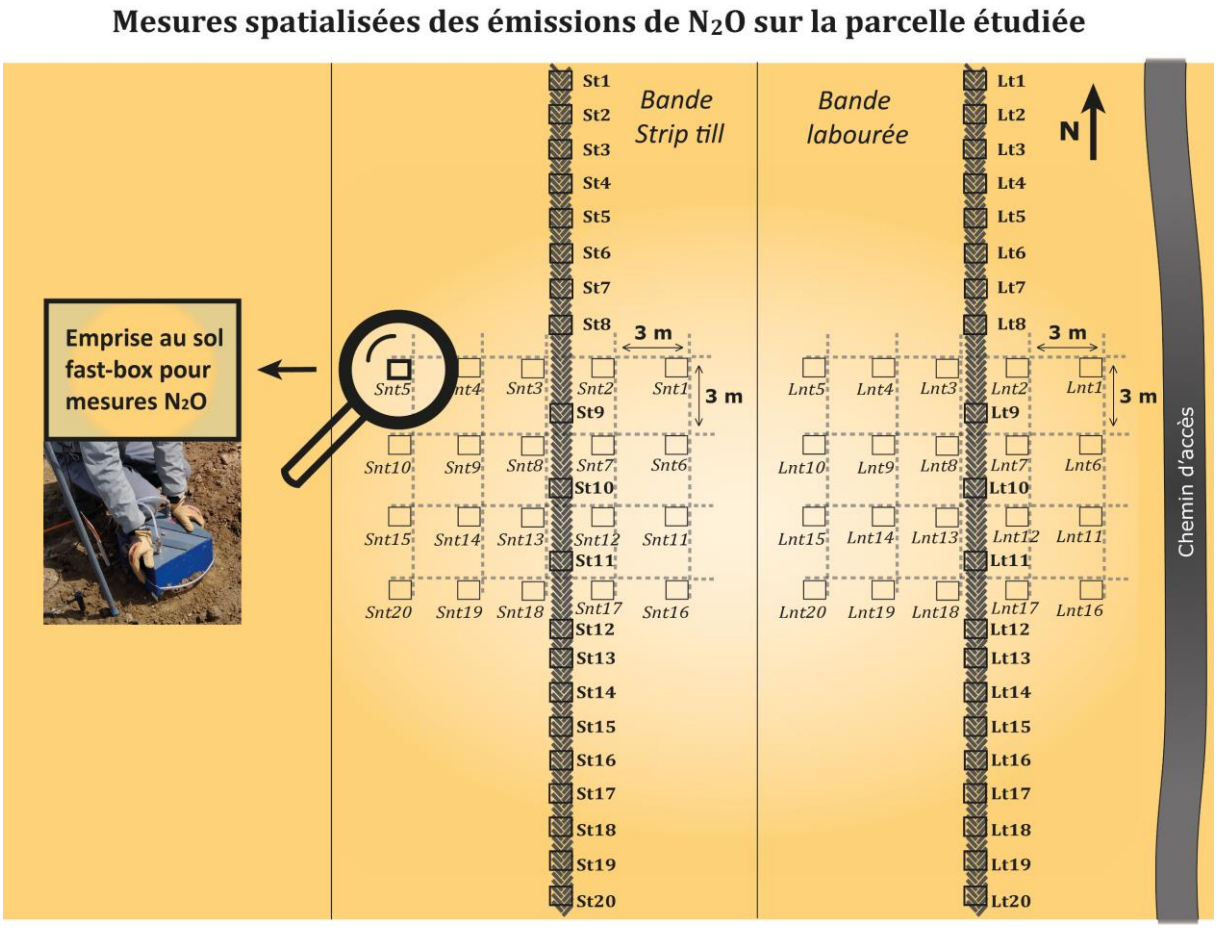


Figure 23 : Mesures spatialisées des émissions de N_2O durant la campagne de terrain. Sur la même typologie de sol, les émissions de N_2O ont été mesurées de manière systématique (grille de 3 m par 3 m) respectivement sur une bande de sol labourée (non-tassée), et sur une bande de sol travaillée en strip till (non-tassée). Les émissions de N_2O ont également été mesurées sur les traces de passage d'engins agricoles avec un espacement

de 3 m entre chaque mesure (échelle non-respectée sur la figure ci-dessus). Au total, les émissions de N_2O ont été mesurées sur 80 placettes, durant les journées du 18/05/2021 et du 19/05/2021.

2.4. Stratification des prélèvements de sol au sein des placettes d'intérêt

Idéalement, des cylindres de sol intacts et du sol en vrac auraient dû être prélevés dans chacune des 80 placettes, afin de caractériser respectivement la structure du sol et les facteurs proximaux à l'emplacement précis de la mesure de N_2O à la fast-box. Néanmoins, l'effort d'échantillonnage sur le terrain aurait été très conséquent, de même que le temps nécessaire à traiter les images 3D de sol acquises par tomographie X (méthodes d'acquisition et de traitement des images 3D présentées dans le chapitre 4). Il a donc été décidé de réaliser un sous-échantillonnage de ces 80 placettes d'intérêt, en stratifiant selon l'intensité des émissions de N_2O mesurées.

Ainsi, des placettes de sol qui émettaient respectivement des flux de N_2O **faibles** et **élevés** ont été identifiées pour chacune des quatre modalités de travail du sol, dans l'optique d'être échantillonnées. La structure du sol et des facteurs proximaux ont été caractérisés au sein de ces placettes d'intérêt à émissions contrastées (prélèvement de sol des placettes d'intérêt détaillé ci-après).

Cette approche, basée sur l'analyse simultanée de plusieurs variables écologiques susceptibles d'influencer les émissions de N_2O à l'instant t, permet notamment **d'exacerber** les différences potentielles de structure du sol caractérisant les placettes à émissions faibles et les placettes à émissions élevées (hotspots), afin de déterminer dans quelle mesure la structure du sol contrôle la variabilité des émissions de N_2O mesurées.[24]

Afin d'identifier les placettes de sol dont les émissions de N_2O sont respectivement faibles ou élevées, les flux de N_2O mesurés dans chacune des quatre modalités de travail du sol (avec n = 20) ont été représentés sous forme de boxplots (Figure 24). Parmi les 5 valeurs de N_2O situées respectivement sous le premier quartile et au-dessus du troisième quartile, 3 placettes ont été sélectionnées de manière aléatoire pour être échantillonnées (tirage réalisé grâce au logiciel R), afin de restreindre l'effort d'échantillonnage.

Ainsi pour chacune des quatre modalités de travail du sol, trois placettes à émissions faibles et trois placettes à émissions élevées ont été identifiées en vue de leur échantillonnage. Cela représente au total 24 placettes d'intérêt dont le sol est à prélever, soit un effort d'échantillonnage jugé raisonnable.

[24] Dans un contexte environnemental similaire : même typologie de sol, même climat, même dose de fertilisant épandue, etc.

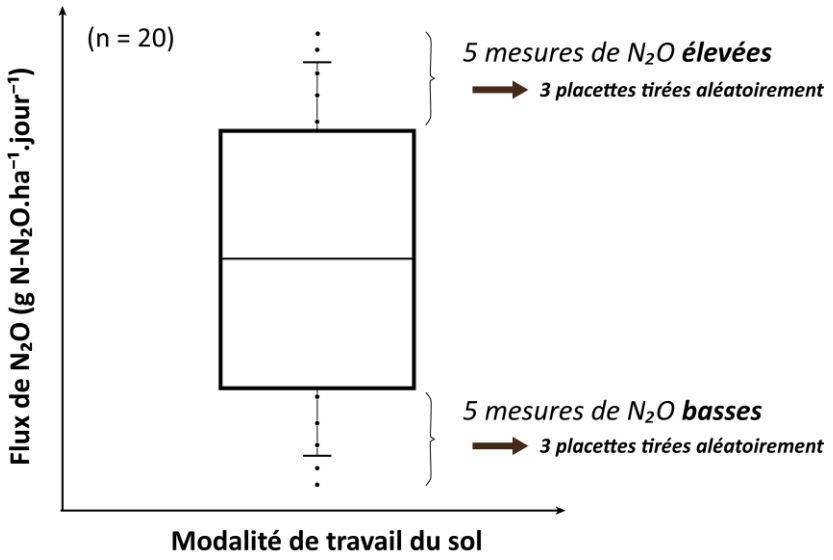


Figure 24 : Parmi les valeurs de flux de N_2O situées respectivement sous le premier quartile et au-dessus du troisième quartile, tirage aléatoire de 3 placettes à émissions faibles et 3 placettes à émissions fortes. Au total, 24 valeurs de flux de N_2O ont été tirées au sort dans l'ensemble des quatre modalités de travail du sol. Cela représente 24 placettes dont le sol est à prélever.

La stratégie d'échantillonnage des 24 placettes à émissions faibles ou élevées est résumée en Figure 25. Afin de retrouver précisément les emplacements des 24 mesures de N_2O à la fast-box en vue du prélèvement de sol, des jalons colorés ont été placés dans les coins de chacune des placettes (exemple en annexe 2).

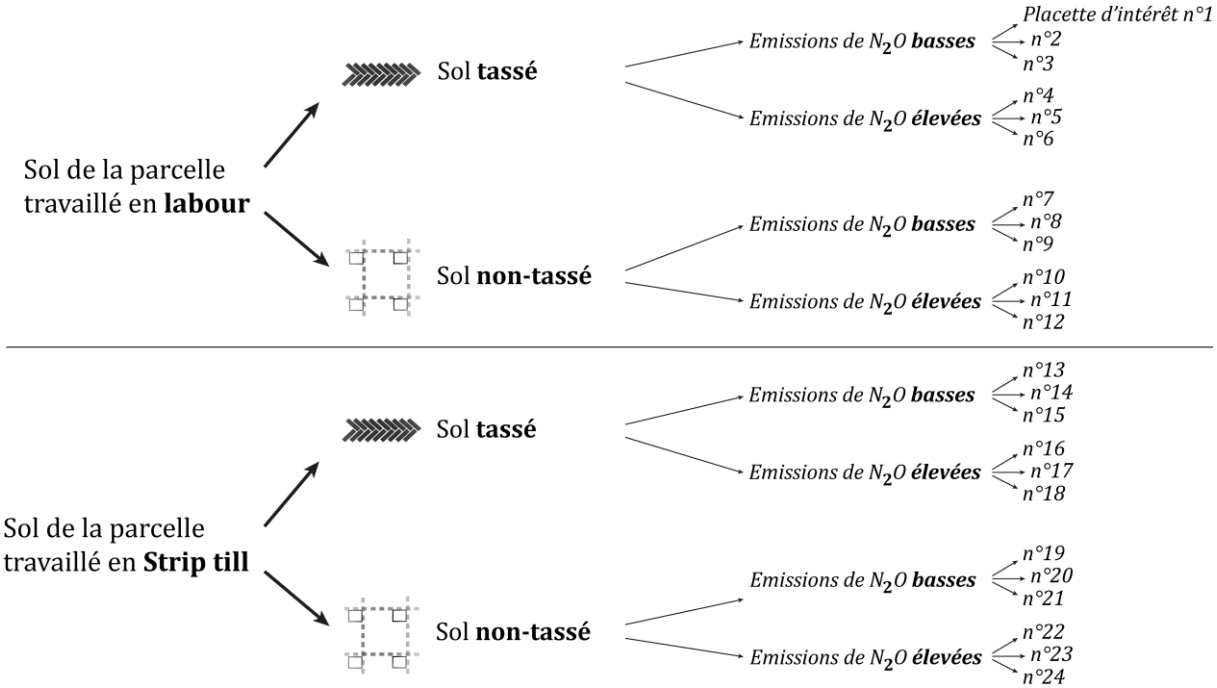


Figure 25 : Choix des 24 placettes d'intérêt à émissions de N_2O contrastées dont le sol est à prélever, situées à l'emplacement précis des mesures de N_2O réalisées à la fast box.

Une synthèse des opérations réalisées lors de la campagne de terrain est disponible en Tableau 4.

Tableau 4 : Synthèse du phasage de la campagne de terrain.

Acquisition paramètres	18/05/2021	19/05/2021	20/05/2021
Sur les 80 placettes de sol : Mesure flux N_2O (g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$) **À côté des 80 placettes de sol** : - Mesure température sol (°C) - Mesure humidité massique (%)	- 20 mesures : placettes de sol dans la modalité *labour non-tassé* - 20 mesures : placettes de sol dans la modalité *labour tassé*	- 20 mesures : placettes de sol dans la modalité *strip till non-tassé* - 20 mesures : placettes de sol dans la modalité *strip till tassé*	/
Parmi les 80 placettes de sol, **24 placettes d'intérêt** ont été identifiées : - Prélèvement sol en vrac - Prélèvement cylindres de sol	/	- Prélèvement du sol sur 6 placettes d'intérêt en *labour non-tassé* -Prélèvement du sol sur 6 placettes d'intérêt en *labour tassé*	-Prélèvement du sol sur 6 placettes d'intérêt en *strip till non-tassé* -Prélèvement du sol sur 6 placettes d'intérêt en *strip till tassé*

2.5. Prélèvement de sol sur les placettes d'intérêt

Après avoir identifié les 24 placettes d'intérêt dont le sol est à prélever, le prélèvement de sol a été effectué à l'emplacement précis des mesures de N_2O réalisées à la fast box. Seuls les 7 premiers centimètres de profondeur du sol ont été prélevés, car l'horizon superficiel émet généralement plus de N_2O que les horizons profonds. En effet, Ball et al. (2008) ont montré que des échantillons de sol prélevés à une profondeur de sol de 3 cm émettaient 100 fois plus de N_2O que des échantillons de sol situés à 8 cm de profondeur. Sur les placettes d'intérêt ont été prélevés :

- Du sol en vrac, afin d'analyser certains facteurs proximaux définis dans la littérature comme influençant les émissions de N_2O.
- Des cylindres de sol de différentes tailles :
    - Afin de caractériser la structure du sol à plusieurs échelles d'étude, ainsi que des paramètres de transfert gazeux.
    - Afin de réaliser une expérimentation de laboratoire en conditions contrôlées. 24h après apport d'eau fertilisée, les émissions de N_2O ont été mesurées, et la macrostructure du sol a été caractérisée (expérimentation détaillée en paragraphe 3 : *Expérimentation en laboratoire*).

La même méthode de prélèvement des cylindres de sol et du sol en vrac a été appliquée pour chacune des 24 placettes d'intérêt (méthode de prélèvement de sol présentée en Figure 26). La campagne de terrain a mobilisé 7 personnes au total. En rentrant du terrain, les échantillons de sol (cylindres de sol et sol en vrac) ont été placés en chambre froide à 4 °C, en attente d'être analysés.

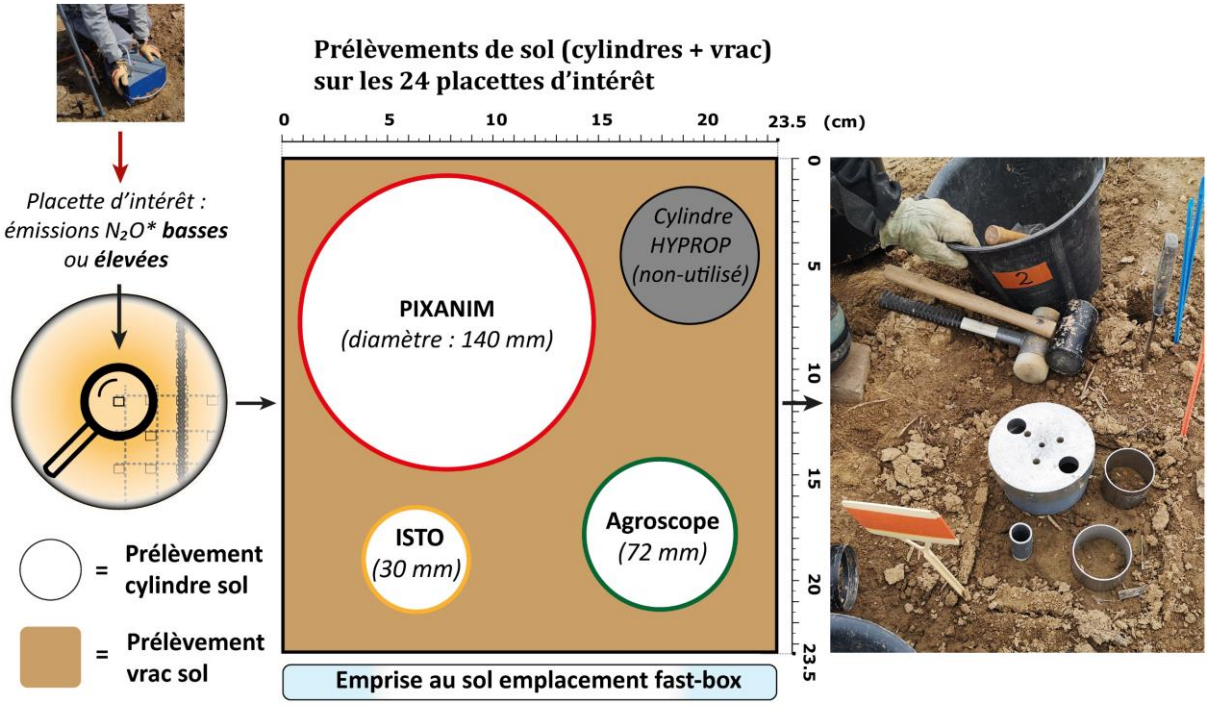


Figure 26 : Schéma récapitulatif des différents types de prélèvements de sol (cylindres de sol + sol en vrac), réalisés à l'emplacement précis des placettes d'intérêt où les émissions de N_2O étaient contrastées. Le diamètre des cylindres, indiqué en mm, correspond au diamètre externe. Les cylindres destinés à être scannés à PIXANIM et à l'ISTO sont en PVC, et les cylindres destinés à mesurer les transferts gazeux sont en inox (des cylindres HYPROP ont également été échantillonnés, mais la conductivité hydraulique n'a finalement pas été mesurée).

2.6. *Méthodes de mesure des facteurs proximaux analysés*

À côté de chacune des 80 placettes de mesure du N_2O à la fast box (étape réalisée avant l'identification des 24 placettes à émissions contrastées), la **température** de l'horizon superficiel du sol a été mesurée de 0 à 10 cm de profondeur grâce à une sonde *(Hanna Instruments 4-Wire Pt100 Thermometer - HI955501)* ; 3 réplicas de T°C ont été réalisés à côté de chaque placette, et la valeur médiane a été retenue. En parallèle, du sol a été prélevé à la tarière à côté de chacune des 80 placettes, et placé dans des petites boîtes en aluminium numérotées dont la tare est connue. Cela permet d'obtenir **l'humidité massique**, appelée également humidité pondérale (mesurée en %). L'humidité massique du sol est obtenue grâce à la formule :

$$GWC\ (\%) = \frac{((Mh - M\ tare) - (Ms - tare))}{(Ms - tare)} \times 100 \qquad (6)$$

Avec *GWC (%)* l'humidité massique du sol, *M tare* la masse de la boîte métallique numérotée, *Mh* la masse du sol à son humidité prélevée aux conditions de terrain et *Ms* la masse du sol sec. La masse du sol sec a été obtenue après séchage du sol à l'étuve pendant 48h à 105 °C.

Les valeurs d'humidité massique ont été utilisées pour calculer le **WFPS** (formule en chapitre 1), grâce aux valeurs de masse volumique mesurées au laboratoire Agroscope (chapitre 4).

Au sein des 24 placettes d'intérêt à émissions de N_2O contrastées échantillonnées, certains facteurs proximaux, bien identifiés dans la littérature comme influençant les émissions de N_2O, ont été mesurés sur le sol en vrac par différents acteurs. Ainsi, l'azote minéral (**NO_3^-** et **NH_4^+**) a été analysé par la chambre d'agriculture du Loiret (45). Le **pH**, **l'azote total**, le **carbone total**, la **texture du sol** ont été analysés par le Laboratoire d'Analyse des Sols (LAS) (62). Les **Matières Organiques Particulaires** (*Particulate Organic Matter*, POM) ont été calculées grâce à la formule :

$$POM\,(g.kg^{-1}) = (Carbone\ organique\ total\,(< 2\ mm, g.kg^{-1}) \times 1.724) + (POM\,(> 2\ mm, g.kg^{-1})) \qquad (7)$$

Avec le carbone organique total mesuré par le laboratoire SADEF (68), dosé dans une fraction de sol tamisée à 2 mm. Le coefficient d'une valeur de 1.724 est tiré de Baize (2016). Selon l'auteur, ce facteur est « *mondialement utilisé pour passer d'une teneur en carbone organique dosée dans un échantillon de sol à une teneur en matières organiques* ». Les POM supérieures à 2 mm (rapportées en $g.kg^{-1}$) ont été triées au laboratoire de l'unité Info&Sols à Orléans.

La traçabilité de l'ensemble des méthodes de mesure des facteurs proximaux est présentée en Tableau 5. Les analyses effectuées sur les cylindres sont relatives à la structure du sol, et sont présentées en détail dans le chapitre 4. L'ensemble des résultats issus de l'analyse des échantillons de sol (sol en vrac + cylindres de sol), prélevés sur les 24 placettes d'intérêt lors de la campagne de terrain, sont exploités tout au long du manuscrit.

Tableau 5 : Synthèse des analyses des facteurs proximaux réalisées sur le sol des placettes échantillonnées au cours de la campagne de terrain. Tous les prélèvements de l'horizon superficiel du sol ont été effectués entre 0 et 7 cm de profondeur, excepté la température du sol mesurée entre 0 et 10 cm de profondeur.

Variables échantillonnées	Date acquisition	Nombre Échantillons	Durée et modalité de conditionnement et de stockage	Date réalisation analyse	Mesure	Méthode d'analyse	Lieu analyse & numéro département	Remarques
Température (°C)	18 & 19 mai 2021	80	/	18 & 19 mai 2021	Réalisée dans l'horizon superficiel (de 0 à 10 cm de profondeur)	Sonde température *(Hanna Instruments 4-Wire Pt100 Thermometer - HI955501)*	Parcelle étudiée (28)	Sonde précise à ± 0.1°C (valeur donnée par le fabriquant)
Humidité massique/pondérale (%)	18 & 19 mai 2021	80	Conditionnement : boîtes circulaires en aluminium, tare connue Durée stockage : mise à l'étuve dans la journée du prélèvement	18 & 19 mai 2021	Réalisée sur sol dans boîtes circulaires aluminium	Méthode gravimétrique	Laboratoire INRAE Orléans (45)	/
NO_3^- (mg $N.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol en vrac dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : 6 jours	26 mai 2021	Réalisée sur sol en vrac	Dosage par colorimétrie	Chambre d'agriculture Loiret (45)	/
NH_4^+ (mg $N.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol en vrac dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : 6 jours	26 mai 2021	Réalisée sur sol en vrac	Dosage par colorimétrie	Chambre d'agriculture Loiret (45)	/
pH (solution du sol) [25]	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol en vrac dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : 6 mois	19 novembre 2021	Réalisée sur sol en vrac	*NF ISO 10390*	Laboratoire d'Analyses des Sols (LAS) - INRAE, Arras (62)	Accrédité COFRAC
Azote total ($g.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol en vrac dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C	03 décembre 2021	Réalisée sur sol en vrac	*NF ISO 13878 (Méthode Dumas)*	Laboratoire d'Analyses des Sols	Accrédité COFRAC

[25] Potentiel Hydrogène de la solution du sol. Après mise en suspension d'un échantillon de sol (séché au préalable) dans une solution de KCl ou $CaCl_2$, mesure standardisée de la concentration en ions H_3O^+ dans un liquide surnageant (ions H_3O^+ à l'équilibre avec ceux fixés sur les complexes adsorbants du sol) (Baize, 2016).

			Durée stockage : ≈ 6 ½ mois				(LAS) - INRAE, Arras (62)	
Carbone total ($g.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol en vrac dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : ≈ 6 ½ mois	03 décembre 2021	Réalisée sur sol en vrac	*NF ISO 10694*	Laboratoire d'Analyses des Sols (LAS) - INRAE, Arras (62)	Accrédité COFRAC
Texture (granulométrie : 5 fractions sans décarbonatation) ($g.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol en vrac dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : ≈ 6 ½ mois	29 novembre 2021	Réalisée sur sol en vrac	*NF X 31-107*	Laboratoire d'Analyses des Sols (LAS) - INRAE, Arras (62)	Accrédité COFRAC
CEC effective ($cmol+.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol en vrac dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : ≈ 6 mois	23 novembre 2021	Réalisée sur sol en vrac	*NF ISO 23470*	Laboratoire d'Analyses des Sols (LAS) - INRAE, Arras (62)	Accrédité COFRAC
Azote total (bis) ($g.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : ≈ 17 mois	26 octobre 2022	Réalisée sur sol des cylindres HYPROP	*NF ISO 13878 (Méthode Dumas)*	Laboratoire : SADEF Aspach le Bas (68)	/
Carbone organique total ($g.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : ≈ 17 mois	26 octobre 2022	Réalisée sur sol des cylindres HYPROP	*NF ISO 14235*	Laboratoire : SADEF Aspach le Bas (68)	/
Rapport C/N	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : ≈ 17 mois	26 octobre 2022	Réalisée sur sol des cylindres HYPROP	*NF ISO 13878*	Laboratoire : SADEF Aspach le Bas (68)	/
Matières organiques particulaires (POM) >2 mm ($g.kg^{-1}$)	19 & 20 mai 2021	24	Conditionnement : sol dans sac plastique étanche, en chambre froide à 4 °C Durée stockage : ≈ 17 mois	26 octobre 2022	Réalisée sur sol des cylindres HYPROP	/	Laboratoire INRAE Orléans (45)	/

3. Expérimentation en laboratoire

3.1. Objectifs et démarche

L'objectif de la phase de laboratoire était double :

- Caractériser la macrostructure du sol non-perturbé **en place** lors de la campagne de terrain. Pour cela, des images 3D par tomographie à rayons X (résolution de 290 µm) ont été acquises sur 24 grands cylindres de sol (140 mm de diamètre externe × 70 mm de hauteur) échantillonnés dans l'horizon de surface durant la campagne de terrain, prélevés sur les 24 placettes d'intérêt dont les émissions sont contrastées.
- Une fois que les 24 grands cylindres de sol ont été scannés pour caractériser la macrostructure du sol lors de la campagne de terrain, une quantité d'eau fertilisée identique a été apportée sur ces mêmes 24 cylindres de sol. Le but était d'étudier l'influence de la macrostructure du sol sur les émissions de N_2O 24h après un apport d'eau riche en nitrates, en se rapprochant de conditions naturelles (simulation d'une pluie arrivant à la surface du sol). Durant l'expérimentation en laboratoire, la température du sol était contrôlée, ainsi que l'apport en eau et en azote via les sels de nitrate de potassium (KNO_3) dissous dans les 600 ml d'eau apportés à chaque cylindre. L'objectif était de s'affranchir de certaines variables influençant fortement les émissions de N_2O (azote, teneur en eau, température du sol), afin d'étudier l'effet de la structure du sol sur les flux de N_2O mesurés.

L'expérimentation a duré trois semaines, du 05 au 09 juillet 2021 et du 09 au 19 août 2021 ; elle s'est tenue à la plateforme PIXANIM (Phénotypage par Imagerie *in* et *ex vivo* de l'Animal à la Molécule) implantée sur le Centre INRAE Val de Loire à Nouzilly (37), en collaboration avec M. François Lecompte et M. Frederic Elleboudt.

3.2. Phasage de l'expérimentation

Le parcours expérimental d'un cylindre est le suivant, sachant que les mêmes étapes ont été répétées pour les 24 cylindres :

1) **Stockage du cylindre** durant 2 à 3 mois en chambre froide à 4 °C, puis cylindre sorti 48h avant expérimentation dans la pièce du tomographe X (température de l'air constante ≈ 20-21 °C).
2) **Montage du cylindre de sol sur un dispositif en PVC** dans la salle du tomographe. Le cylindre est placé sur une plaque en PVC percée de trous permettant le drainage de l'eau gravitaire. Du silicone est ensuite appliqué sur la zone de contact entre les bords du cylindre et la plaque percée, de manière à étanchéifier le montage. Sous cette plaque percée se trouve un réservoir, dont l'exutoire est constitué d'un petit tuyau flexible permettant l'écoulement de l'eau ayant percolé à travers le cylindre de sol (exemple en Figure 27). Après application et séchage du silicone, des microtensiomètres ont été implantés au cœur de certains cylindres de sol, de manière à mesurer le potentiel matriciel. Malheureusement, tous les cylindres de sol n'ont pu

être instrumentés, en raison de la fragilité des micro-céramiques à disposition ; certaines micro-céramiques se sont brisées lors du montage ou du démontage des microtensiomètres.

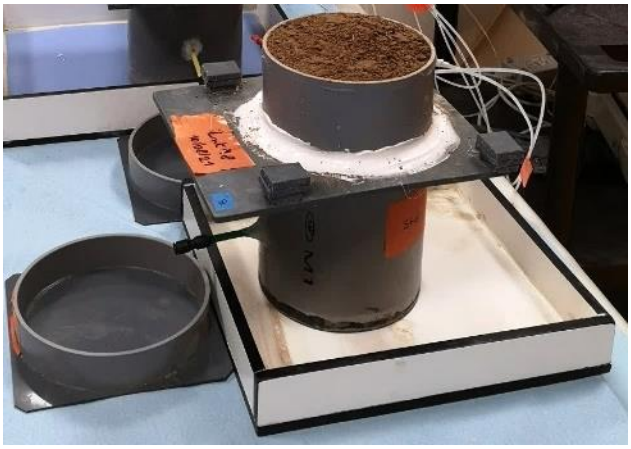


Figure 27 : Exemple d'un cylindre de sol monté sur un dispositif en PVC, prêt à recevoir un apport d'eau fertilisée au KNO_3. La plaque en PVC percée de trous circulaires est située sous le cylindre (non-visible sur cette photo). Deux microtensiomètres ont été installés dans ce cylindre, après application et séchage du silicone.

3) Avant la série de pluies artificielles (= t_0), les cylindres de sol ont été **scannés** par tomographie X. Les images 3D acquises avant la série de pluies sont représentatives de la macrostructure du sol non-perturbé, échantillonné durant la phase de terrain (durée du scan ≈ 1 minute ; résolution ≈ 290 µm). Les détails techniques relatifs à la tomographie X sont disponibles dans le chapitre 4.
4) A l'aide d'un dispositif muni de 27 aiguilles médicales hypodermiques de 0.6 mm de diamètre × 30 mm de hauteur (Figure 28), une quantité d'eau[26] identique a été **apportée** pour chaque cylindre de sol (600 ml). La valeur de 600 ml a été choisie de manière à pouvoir théoriquement saturer l'intégralité du volume de vide présent dans chaque cylindre quelle que soit leur teneur en eau initiale[27], en dépit du fait que l'humectation se produise ici de haut en bas et non l'inverse. En effet, une saturation lente de bas en haut du cylindre permet la saturation quasi-totale de la porosité, évitant de cette manière le piégeage de bulles d'air (Rabot et al., 2014). Cependant, des conditions proches de celles rencontrées sur le terrain ont été privilégiées, l'objectif étant de se rapprocher de la situation fréquemment rencontrée d'une pluie percolant le sol. Une quantité de 4.15 g de sels de nitrate de potassium a été diluée dans les 600 ml d'eau, le soluté ainsi formé étant destiné à percoler chaque cylindre. Hénault & Germon (2000) ont montré que la concentration en NO_3^- faisait varier la dynamique des émissions de N_2O, qui peut être décrite par la fonction de Michaelis-Menten. La concentration en azote de l'eau utilisée au cours de l'expérience équivaut

[26] De l'eau milli-Q a été apportée aux cylindres sous forme de précipitations artificielles. L'eau milli-Q correspond à de l'eau ultra pure, générée par un système de purification d'eau de la marque Merck© (système de purification d'eau Milli-Q® Advantage A10).

[27] Masse volumique médiane de la zone (24 placettes) ≈ 1.36 ; Porosité totale cylindre PIXANIM : (1-1.36/2.65)×100 ≈ 49 % ; volume cylindre PIXANIM = 958 cm^3 ; Volume vide cylindre PIXANIM : 958 × 0.49 = 466 cm^3, donc environ 466 ml d'eau à apporter pour saturer la porosité. Marge de sécurité fixée à **600 ml**.

à environ 6.9×10^{-2} mol $N.l^{-1}$, soit une concentration[28] correspondant à l'asymptote de la fonction de Michaelis-Menten. Cette concentration est suffisamment élevée pour que la quantité d'oxydants azotés (sous forme de nitrates) ne soit pas un facteur limitant pour les émissions de N_2O (Hénault & Germon, 2000; Rabot et al., 2014).

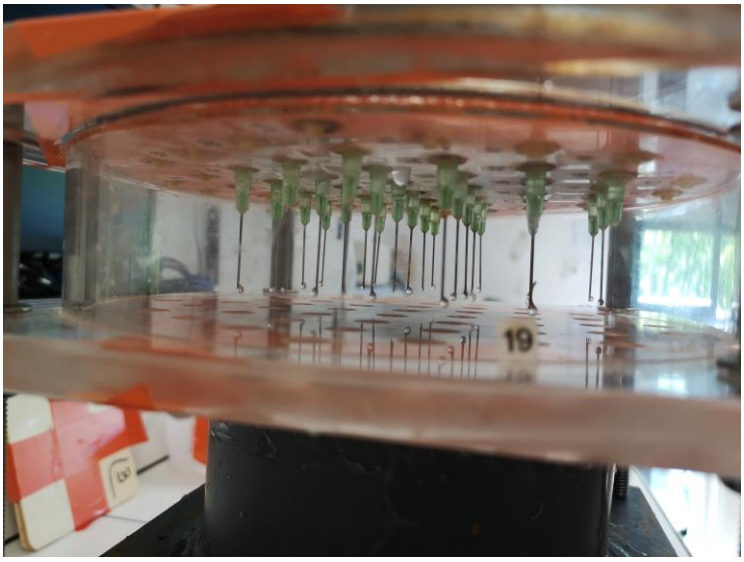


Figure 28 : Dispositif permettant de générer une pluie artificielle (sans apport d'énergie cinétique aux gouttes d'eau), grâce à une série de 27 aiguilles hypodermiques de 0.6 mm de diamètre × 30 mm de hauteur disposées à intervalle régulier. Le réservoir d'eau (invisible sur cette photo), situé au-dessus de la série d'aiguilles, est toujours rempli avec la même quantité d'eau fertilisée (600 ml d'eau milli-Q avec 4.15 g de KNO_3), afin que chaque cylindre reçoive la même quantité d'eau et d'azote.

5) Le temps passé à faire pleuvoir les 600 ml d'eau fertilisée sur les 24 cylindres de sol s'est révélé inégal (entre 35 et 70 minutes), en raison de bulles d'air remontant parfois dans le conduit de certaines aiguilles hypodermiques et ralentissant la formation des gouttes. Quand le problème était détecté, de l'eau sous pression était injectée dans le conduit de l'aiguille hypodermique bloqué grâce à une seringue (injection de la même eau fertilisée du réservoir). Lorsque l'intégralité de l'eau fertilisée était passée à travers les aiguilles, la quantité d'eau percolée à travers chaque cylindre a été pesée (coupelle PVC tarée au préalable et disposée sous l'exutoire de l'entonnoir). Les coupelles PVC ont ensuite été repositionnées sous chaque entonnoir, de manière à recueillir l'eau gravitaire s'égouttant durant les 24h suivantes lors du réessuyage du sol.
6) 24h plus tard après l'arrêt de la pluie artificielle, chaque cylindre a été **scanné** par tomographie X, et une **mesure** de N_2O a été réalisée grâce à un spectromètre infrarouge (détails dans le chapitre 3), à l'aide d'une chambre d'accumulation à embase circulaire (diamètre = 19 cm, hauteur = 14 cm) plaquée sur le cylindre de manière étanche. L'étanchéité a été réalisée grâce à du silicone appliqué entre l'embase de la chambre atmosphérique et le pourtour du haut du cylindre (Figure 29).

[28] 4.15 g de KNO_3 pour 600 ml = 6.92 g de KNO_3 pour 1000 ml. Masse molaire de l'azote = 14.01 ; masse molaire du KNO_3 = 101.01. Pourcentage masse molaire N-KNO_3 = 13.9 %. Gramme N dans les 6.92 g de KNO_3 : $6.92 \times 0.139 \approx 0.96$ g. Grâce à la formule n = m/M, nombre mole N dans 0.96 g de N : $0.96/14.01 \approx 0.069$. Dans 1 litre d'eau milli-Q percolé à travers les cylindres de sol, il y a donc environ **6.9×10^{-2} mol $N.L^{-1}$**.

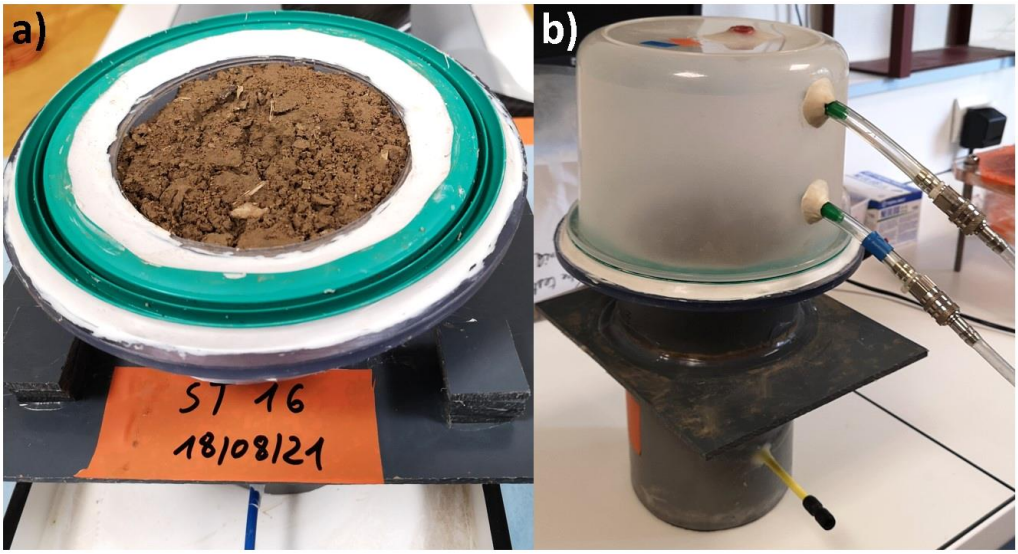


Figure 29 : a) Exemple d'embase de chambre atmosphérique posée sur un cylindre de sol, et dont le contact avec le pourtour du haut du cylindre a été étanchéifié au silicone (non-visible sur cette photo). b) exemple de chambre atmosphérique posée sur l'embase, en vue d'une incubation au spectromètre à infrarouge.

Le reste de l'eau issu du début de réessuyage du sol recueilli pour chaque cylindre a été également pesé. 24h après la pluie, environ 120 ml d'eau fertilisée a été redistribué dans la porosité de stockage du sol des 24 cylindres (valeur médiane), soit environ 20 % des 600 ml (10 % = valeur minimum, 26 % = valeur maximum) *(données non-présentées, issues de l'expérimentation)*.

4. Représentations graphiques et traitements statistiques

La compilation des différentes bases de données de la thèse ainsi que l'analyse de l'ensemble des résultats ont été effectuées grâce au logiciel R Studio, version 2022.12.0 + 353 *Elsbeth Geranium* (R Core Team, 2022). Les représentations graphiques ont été réalisées avec les packages *ggplot2* (Wickham et al., 2016), d'autres outils du Tidyverse (*dplyr, tidyr*) (Wickham et al., 2019), *ggpubr* (Kassambara, 2018) et *kableExtra* (Zhu, 2021). Le traitement statistique a été réalisé avec l'appui de plusieurs outils de formation et documents développés par la société AnaStats® ; l'ensemble des statistiques descriptives et inférentielles utilisées dans le manuscrit sont présentées dans ce chapitre. Plusieurs bases de données ont été créées (l'ensemble des variables compilées sont caractérisées par des valeurs de nature quantitative) :

- Une base de données comprenant les 80 mesures de N_2O, teneur en eau massique et température du sol (exploitée dans le chapitre 3).
- Une base de données comprenant l'ensemble des facteurs environnementaux mesurés lors de l'analyse des sols prélevés sur les 24 placettes (sol en vrac et cylindres de sol) où les émissions étaient contrastées (exploitée dans le chapitre 3, chapitre 4, chapitre 5).
- Une base de données comprenant la distribution de la taille des pores calculée par imagerie, représentative de la mésostructure et de la macrostructure (chapitre 4 et chapitre 5).

- Une base de données comprenant le volume de vide et le volume des matières organiques particulaires calculés par imagerie, en fonction de la profondeur des cylindres de sol (scannés à la plateforme PIXANIM à 290 µm de résolution, 24h après apport d'eau fertilisée) (chapitre 5).

La majorité des tests statistiques a été réalisée sur la base de données comprenant l'ensemble des facteurs environnementaux mesurés sur les 24 placettes d'intérêt. Deux types de stratification du jeu de données ont été étudiées : la stratification selon l'intensité des émissions de N_2O (respectivement les *placettes à émissions faibles* et *fortes*, chapitre 3 et chapitre 5), et la stratification selon les quatre modalités de travail du sol (*labour non-tassé, labour tassé, strip till non-tassé, strip till tassé*, présentée dans la suite de ce chapitre et en chapitre 4).

L'ensemble des tests statistiques a été effectué afin de mettre en lumière l'influence éventuelle de la structure du sol, ainsi que d'autres facteurs, sur les émissions de N_2O mesurées. Deux familles de tests ont été principalement réalisées : des comparaisons entre échantillons, et des relations entre variables.

L'objectif des comparaisons entre échantillons (détaillées plus loin) était de mettre en évidence si oui ou non les différents traitements (*intensité des émissions*, *modalités de travail du sol*, etc.) induisaient des différences significatives entre les tendances centrales des échantillons statistiques testés. Concernant les relations entre variables, le but était d'étudier la force du lien entre les émissions de N_2O mesurées et les facteurs décrivant la structure du sol, ainsi que les facteurs proximaux.

4.1. Statistiques descriptives

Boxplots et nuages de points

Les échantillons statistiques utilisés présentent de très petits effectifs, et se classent dans la catégorie des « petits échantillons » (< 30 individus statistiques). De ce fait, l'utilisation de la moyenne pour décrire la tendance centrale des échantillons n'est pas adéquate, car les valeurs ne sont la plupart du temps pas distribuées symétriquement de part et d'autre de la classe modale. Par conséquent, l'utilisation des paramètres de dispersion classiques dont le calcul se base sur la moyenne (variance, écart-type, erreur standard, intervalle de confiance) n'est pas prudente, car les valeurs hors normes auront une forte influence sur la valeur de la moyenne. L'utilisation de la médiane est plus adaptée pour décrire la tendance centrale des échantillons, car cela réduit l'influence des données hors norme. C'est pourquoi les comparaisons entre échantillons ont été représentées au moyen de *diagrammes de Tukey*, ou boxplots (ci-après, chapitre 3, chapitre 4 et chapitre 5).

Des diagrammes *raincloud* ont été également réalisés afin de décrire les 80 mesures de flux de N_2O (chapitre 3). Ce type de diagramme permet de projeter à la fois la courbe de densité (distribution) d'un échantillon statistique, son diagramme de Tukey (boxplot) et la dispersion de ses valeurs sous la forme de nuage de points. L'interprétation des raincloud est avantageuse, car la projection de la courbe de densité seule ne permet pas de fournir des

paramètres tels que les quartiles et la médiane. Un boxplot interprété seul ne fournit pas d'informations sur la distribution (deux boxplots peuvent être identiques, pour des distributions différentes). Enfin, la courbe de densité et le boxplot ne renseignent pas sur le nombre de données analysées.

Concernant les comparaisons entre variables deux à deux, les relations ont été représentées sous la forme de nuages de points (chapitre 3, chapitre 4 et chapitre 5).

ACP

Le jeu de données constitué à partir de l'analyse des 24 placettes d'intérêt a également été analysé de manière multifactorielle, afin d'obtenir une vue d'ensemble des relations entre variables. Les relations entre les émissions de N_2O mesurées sur le terrain et les facteurs proximaux ont été analysées via une Analyse en Composante Principale (ACP) dans le chapitre 3 ; les relations entre les émissions de N_2O, les facteurs proximaux et les paramètres décrivant la structure du sol ont été analysées via une ACP dans le chapitre 5.

Le choix de l'ACP a été guidé par la nature quantitative des variables échantillonnées. Le but d'une ACP est de rechercher les dimensions dont les variances sont les plus fortes, et les axes qui expliquent au mieux la variance des données. Afin de pouvoir interpréter les résultats d'une ACP de manière robuste, il faut environ 10 à 20 fois plus d'individus statistiques que de variables analysées. Ça n'est pas le cas du jeu de données des 24 placettes d'intérêt, car il y a peu d'individus et beaucoup de variables. Cependant, une ACP a tout de même été réalisée, afin d'enrichir les faisceaux de preuves relatifs aux questions de recherche. La prudence est cependant nécessaire lors de l'interprétation des ACP obtenues. La réalisation des ACP présentées dans le manuscrit a nécessité également une transformation $\log_{10}$-normale des données, afin de normaliser les distributions et réduire l'influence des valeurs extrêmes, et atténuer ainsi l'asymétrie éventuelle entre les comparaisons deux à deux. Cependant, certaines comparaisons demeurent bimodales (annexe 6 et annexe 7 pour le chapitre 3, annexe 20 et annexe 21 pour le chapitre 5). Les ACP ont été effectuées grâce au package R *Factoshiny* (Vaissie et al., 2021) et la fonction *PCAshiny()*.

Lors de la réalisation des ACP du chapitre 3 et du chapitre 5, certaines variables présentaient des vecteurs qui ont été détectés comme trop éloignés du cercle des corrélations. Or, la considération de vecteurs courts comporte des risques de mauvaise interprétation. Ces variables ont par conséquent été écartées de l'analyse par souci de qualité d'interprétation, car non-suffisamment représentées dans les plans factoriels 1 et 2. Le détail des variables enlevées des ACP est disponible en annexe 5 et annexe 19.

La règle de Kaiser a été utilisée pour déterminer le nombre d'axes factoriels à retenir pour l'interprétation de l'ACP. Pour être choisis, les axes factoriels doivent posséder une valeur propre (*eigenvalue*) supérieure ou égale à 1. Les deux premiers axes ont par conséquent été retenus pour les deux ACP (annexe 8 pour le chapitre 3 et annexe 22 pour le chapitre 5). Au moins 70 % de la variance doit être expliquée par les trois premiers axes. Le pourcentage cumulé de la variance portée par les deux premiers axes est d'environ 83 % pour l'ACP du chapitre 3 (Figure 45), et de 74 % pour l'ACP du chapitre 5 (Figure 68), ce qui est satisfaisant.

4.2. Statistiques inférentielles

Les statistiques inférentielles permettent une aide à la décision concernant l'effet d'un traitement, ou informent sur la force de la relation entre variables, en testant des hypothèses[29]. Un test statistique n'informe pas sur les relations de causalité. En revanche, un test permet de calculer le risque que l'on a de se tromper en affirmant qu'il y a un effet d'un traitement, ou que deux variables sont statistiquement liées ; c'est à l'opérateur de décider si le risque est acceptable ou non. Dans le cadre de la thèse, un seuil de risque de 5 % a été adopté pour l'ensemble des tests réalisés (comparaisons entre échantillons et relations entre variables). Des tests exclusivement non-paramétriques basés sur des rangs de valeur[30] ont été utilisés dans le manuscrit, pour plusieurs raisons :

- Les échantillons statistiques présentaient des effectifs inférieurs à 30 individus.
- Les distributions des valeurs étaient non-normales (test de Shapiro-Wilk).
- Les variances n'étaient pas homogènes (test de Fisher pour la comparaison de 2 échantillons indépendants, et test de Levene si plus de 2 échantillons indépendants).

Il est important de préciser que les tests non-paramétriques appliqués pour des petits échantillons tels que ceux traités au cours de la thèse sont aussi valides et exigeants[31]que des tests paramétriques.

Relations entre variables

Des tests de Spearman ont été effectués pour les comparaisons entre deux variables (avec n = 24), afin de déterminer les coefficients de corrélation (le *Rho* de Spearman indique la force de la relation entre les deux variables ; sa valeur est située entre -1 et 1). Ces tests deux à deux ont été synthétisés dans des matrices de corrélation, dans les chapitres 3 et 5. L'outil permettant de réaliser ces matrices est le package *corrplot* (Wei & Simko, 2021), et la fonction *corrplot()*. La fonction *cor.mtest()* a également été utilisée. Cette dernière permet de ne garder dans la matrice de corrélation que les Rho de Spearman dont la p-value est significative, donc se situant dans un intervalle de confiance dont les valeurs sont inférieures au seuil de risque de 5 %.

Comparaisons entre échantillons

Des tests de Mann-Whitney (pour deux échantillons indépendants) et de Kruskal & Wallis (pour plus de deux échantillons indépendants) ont été réalisés, respectivement avec les fonction *wilcox.test()* et *kruskal.test()* du package *stats* inclus dans R (R Core Team, 2022). Lorsque les tests de Kruskal & Wallis étaient significatifs, des comparaisons deux à deux ont été effectuées afin de mettre en lumière le/les échantillons significativement différents des

[29] « H_0 » est l'hypothèse nulle, signifiant qu'il n'y a pas de différence statistique significative entre les tendances centrales des échantillons testés, et que les différences observées sont dues au hasard. « H_1 » est l'hypothèse alternative selon laquelle il existe une différence significative entre les tendances centrales des échantillons testés, et que l'effet du traitement n'est pas dû au hasard. Dans le cadre de la thèse, la probabilité du test (*p-value*) doit être inférieure à un seuil de risque de 5 % pour rejeter H0.

[30] Les tests sur les rangs de valeur suppriment l'importance donnée aux valeurs hors-normes, mais réduit l'information contenue dans les données quantitatives.

[31] Pour que le test soit significatif, l'effet doit présenter une amplitude massive en raison du faible effectif.

autres (package R utilisé : *RVAideMemoire* (Herve, 2022); fonction utilisée : *pairwise.perm.t.test()* ; méthode utilisée : *Holm*, avec 3000 permutations).

La **puissance**[32] a également été calculée pour chaque comparaison entre échantillons (tests de Mann-Whitney ou bien de Kruskal & Wallis). La puissance d'un test correspond à la probabilité de détecter une différence statistique lorsque cette dernière existe réellement, c'est-à-dire que la différence significative observée n'est pas due au hasard lors de l'échantillonnage. Le calcul de la puissance d'un test est important car il permet de statuer sur la confiance que l'on peut avoir dans le résultat du test statistique. Lorsque la p-value est inférieure à un seuil de risque de 5 %, conclure que le test est significatif n'est possible *que* si la puissance du test est suffisante (supérieure à 80 %, pour un risque de première espèce[33]).

Par exemple, une puissance d'un test calculée de seulement 30 % indique que si aucune différence significative n'est déterminée lors du test (p-value du test supérieure à 5 %), le test ne détectera cette absence de différence significative que dans 30 % des cas. Autrement dit, on aurait 70 % de chance de commettre une erreur de première espèce en déclarant *à tort* qu'il existe une différence significative entre les échantillons, alors qu'il n'y en a pas. La puissance des tests statistiques a été calculée grâce au package R *pwr* (Champely et al., 2018), et grâce à l'utilitaire *calcul de la puissance d'un test*, disponible en téléchargement sur le site internet de la société AnaStats®[34].

4.3. Diagrammes radar

Des diagrammes radar ont également été réalisés dans le chapitre 5, grâce au package *fmsb* (Nakazawa, 2023) et la fonction *radarchart()*. La réalisation de diagrammes radar n'est pas une méthode statistique. Les diagrammes radar permettent de représenter l'intégralité d'un jeu de données en une seule figure. En effet, toutes les variables sont normalisées de 0 à 1, et projetées sur le même plan.

Dans le cadre de la thèse, des diagrammes radar ont été réalisés pour chacune des 24 placettes d'intérêt. L'objectif était de mettre en évidence d'éventuelles différences de structure du sol ou de facteurs proximaux entre les placettes dont les émissions étaient respectivement faibles et fortes. Les diagrammes radar des 6 placettes de sol émettant le plus faiblement ont été représentés côte à côte, de même que les 6 placettes d'intérêt émettant le plus fortement, soit les 6 hotspots les plus émetteurs (Figure 67, chapitre 5). Les diagrammes radar des autres placettes sont disponibles en annexe 15.

[32] La puissance d'un test statistique augmente avec l'augmentation des effectifs.

[33] Si l'on rejette l'hypothèse nulle H0 alors que cette dernière est vraie, on détermine ainsi une différence significative entre les échantillons, alors qu'il n'y en a pas. Cette erreur est appelée *risque de première espèce* (le *risque de deuxième espèce* étant l'inverse, soit conclure que H0 est vraie alors qu'il existe une différence significative entre les échantillons).

[34] Disponible au lien : https://www.anastats.fr/telechargements/ (dernier accès le 12/03/2024)

5. Résultats préliminaires : facteurs proximaux mesurés au sein des quatre modalités de travail du sol

L'ensemble des facteurs proximaux analysés a été représenté graphiquement sous forme de boxplots, représentatifs des quatre modalités de travail du sol (Figure 30). On observe que la modalité *strip till tassé* présente la médiane la plus élevée concernant le pH, la concentration en nitrates, le carbone total, l'azote total, les POM, la CEC effective[35] et les argiles. La modalité *strip till tassé* est également statistiquement différente des trois autres modalités (tests de Kruskal & Wallis significatifs) concernant les nitrates, le carbone total, l'azote total, la CEC et les argiles.

Le fait que la quantité de POM soit la plus élevée dans les placettes de sol situées en *strip till tassé* est cohérent avec les plus fortes concentrations en carbone et en azote total (la matière organique étant en partie composée de carbone et d'azote), ainsi que la forte concentration en NO_3^- (potentiellement issus de la minéralisation des POM). La CEC effective est également la plus élevée en *strip till tassé*. Cela est cohérent avec les plus forts taux d'argiles et de POM observés, présentant une grande surface d'échange cationique à leur interface.

De plus, une CEC effective la plus élevée fait sens avec des valeurs de pH les plus élevées mesurées en *strip till tassé*, par rapport aux trois autres modalités. En effet, la CEC effective diminue avec la diminution du pH du sol lorsqu'il y a acidification, et augmente lorsqu'il y a alcalinisation (Girard, Schvartz, et al., 2011).

La modalité *labour non-tassé* présente les plus faibles valeurs de WFPS : l'ensemble des mesures de WFPS se situent en deçà de la valeur seuil de 60 %, identifiée dans la littérature comme étant la limite basse de l'optimum de la dénitrification (Davidson, 1992; Linn & Doran, 1984).

Pour résumer, le sol prélevé dans les quatre modalités de travail du sol au sein des 24 placettes d'intérêt présente des différences concernant certains facteurs proximaux (WFPS, NO_3^-, etc.), susceptibles d'influencer les émissions de N_2O. Les émissions de N_2O sont présentées en détail dans le chapitre 3.

[35] La CEC effective est la CEC mesurée au pH du sol, par différence avec une mesure où l'échantillon de sol est tamponné à pH = 7 (Girard, Walter, et al., 2011b).

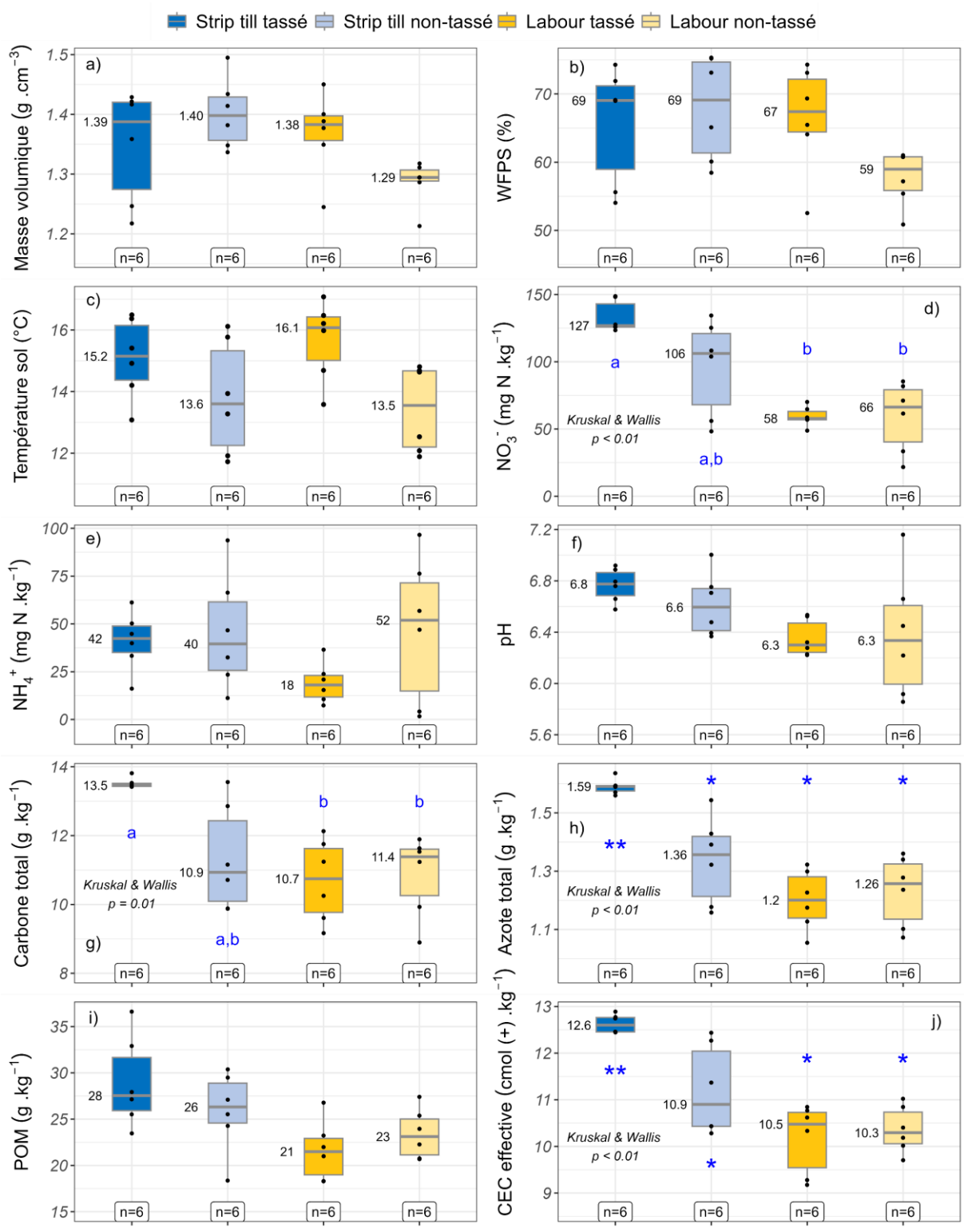


Figure 30 (suite de la figure ci-dessous).

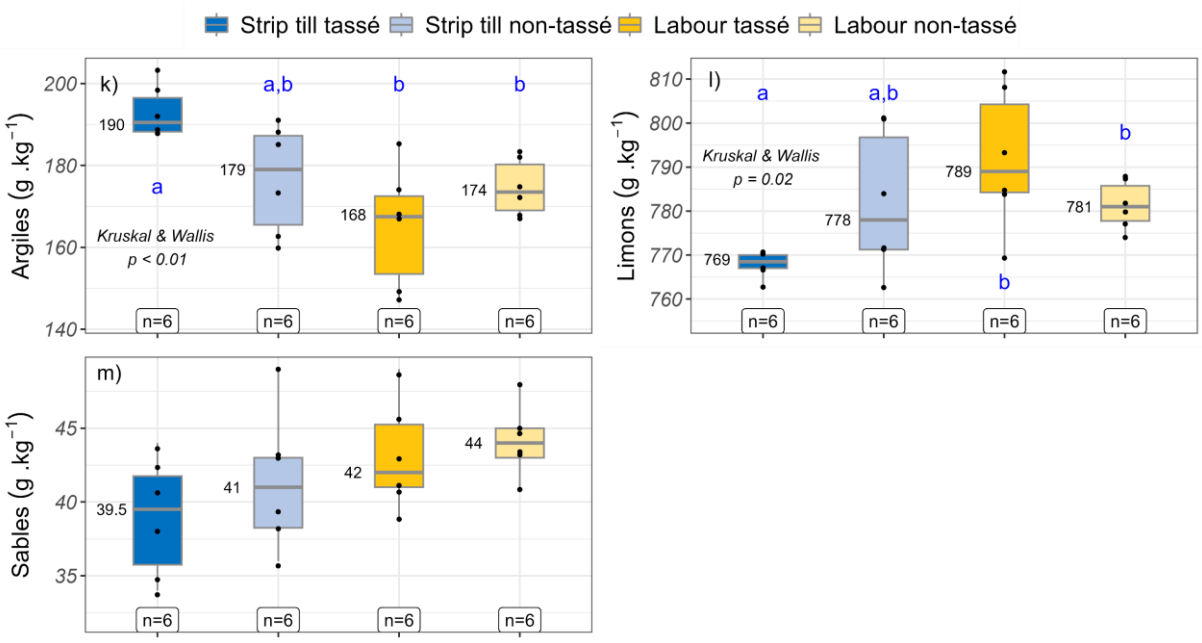


Figure 30 : Comparaison des facteurs proximaux analysés sur les 24 placettes d'intérêt, selon les quatre modalités de travail du sol étudiées. Le test de Kruskal & Wallis a été réalisé pour chaque facteur proximal. Lorsqu'une différence statistique était déterminée, un test de puissance puis une comparaison deux à deux ont été réalisés.

Le chapitre 3 présente les émissions de N_2O en relation avec les facteurs proximaux analysés. Le chapitre 4 présente la structure du sol caractérisée à l'échelle de la mésostructure, de la macrostructure et indirectement via des paramètres de transfert gazeux. Le chapitre 5 constitue une synthèse des deux approches, et l'influence de la structure du sol sur les émissions de N_2O (mesurées sur le terrain et en laboratoire) est étudiée de manière approfondie.

Chapitre 3 : étude des émissions de N_2O observées à la parcelle et en laboratoire

1. Objectifs

Afin de décorréler l'influence de la structure du sol de l'influence des autres variables environnementales contrôlant les émissions de N_2O, nous avons choisi d'étudier en premier lieu le déterminisme des émissions **sans considérer** la structure du sol et ses paramètres associés. Ce chapitre est dédié à l'étude des émissions de N_2O observées durant la campagne de terrain et en laboratoire, en lien avec certains facteurs proximaux classiquement étudiés dans la littérature. La démarche suivie est découpée en deux phases :

- Une approche qui consiste à étudier les émissions de N_2O observées dans toute leur complexité sur le terrain. Les émissions de N_2O ont été mesurées à la parcelle, en étudiant les relations avec les facteurs proximaux identifiés dans la littérature comme contrôlant les émissions[36]. Ainsi, les émissions *nettes* du sol ont été mesurées, intégratrices de l'influence de tous les facteurs écologiques distaux et proximaux jouant à l'échelle de la placette. Les émissions nettes intègrent en effet la production, l'éventuelle consommation du N_2O en tant qu'oxydant par les communautés microbiennes, ou encore l'immobilisation momentanée du gaz dans la porosité et dans la solution du sol.
- Une approche qui consiste à étudier les émissions de N_2O en laboratoire, en maîtrisant la température, la quantité d'eau apportée au sol et son degré de fertilisation. 600 ml d'eau fertilisée avec une forte dose en KNO_3 a été apportée à chaque cylindre de manière à ne pas être en conditions limitantes en termes d'azote concernant la production de N_2O. 24h plus tard, les émissions de N_2O ont été mesurées.

2. Méthode de mesure des émissions de N_2O à la parcelle et en laboratoire

2.1. Mesure des émissions de N_2O à la parcelle

Pour mesurer les GES dont le N_2O, l'utilisation de chambres atmosphériques, statiques ou dynamiques, est une technique de référence éprouvée depuis des dizaines d'années. En effet, les méthodes de mesure des GES par chambre d'accumulation sont précises, peu coûteuses, relativement simples à mettre en œuvre et adaptées à de nombreux écosystèmes différents (grandes cultures, prairies, forêts, zones humides, etc.) (Denmead, 2008; Pavelka et al., 2018; Rochette, 2011). La concentration des gaz accumulés à l'intérieur d'une chambre atmosphérique peut être mesurée par différentes techniques très précises, comme la chromatographie en phase gazeuse ou la spectrométrie infrarouge (Hensen et al., 2013). L'utilisation de chambres atmosphériques pour la mesure des GES présente cependant des limites méthodologiques, comme la faible représentativité spatiale et temporelle des flux de gaz mesurés (l'emprise au sol des chambres atmosphérique étant généralement inférieure au m^2, Pavelka et al., 2018; Smith, 2017), les fuites éventuelles, ou encore les différences entre

[36] Les relations entre les indicateurs décrivant quantitativement la structure du sol, les paramètres de transfert gazeux et émissions de N_2O sont étudiées dans le chapitre 5.

la pression atmosphérique et la pression à l'intérieur des chambres (Denmead, 2008; Pavelka et al., 2018). Le N_2O étant plus lourd que l'air (densité de vapeur du N_2O de 1.53 à 15 °C, Trogler, 1999), ce dernier a également tendance à se stratifier à l'intérieur des chambres atmosphériques ; dans certains cas, un ventilateur est nécessaire pour le brassage de l'air dans les chambres d'accumulation (Hensen et al., 2013; Pavelka et al., 2018).

D'autres techniques existent pour caractériser les flux le N_2O, comme les méthodes de micro-météorologie dont la méthode d'Eddy covariance (Denmead, 2008; Hensen et al., 2013), la méthode *d'Eddy Accumulation* (Desjardins et al., 1984), ou encore la méthode « *Relaxed Eddy Accumulation* » (REA) (Denmead, 2008; Hensen et al., 2013). Les méthodes micrométéorologiques ont l'avantage d'être intégratrices d'une surface plus grande que les méthodes de mesure par accumulation dans une chambre atmosphérique (flux mesurés sur des surfaces allant de 10 m² jusqu'à une échelle régionale). De plus, ce type de méthode n'interfère pas avec le micro-environnement du sol, et possède une très haute résolution temporelle des flux de N_2O. Cependant, les méthodes micrométéorologiques de mesure de flux de N_2O nécessitent d'être mises en œuvre sur de larges surfaces plates uniformes, et fonctionnent grâce à un détecteur infrarouge qui coûte généralement cher (Hensen et al., 2013).

2.2. Analyse du N_2O et du CO_2 : mesure par spectrométrie à infrarouge

Les mesures de concentration du N_2O, acquises sur le terrain et en laboratoire, ont été réalisées grâce à un spectromètre laser à absorption infrarouge de terrain nommé SPIRIT (Spectromètre Infra-Rouge In Situ Troposphérique). Le SPIRIT a été fabriqué par le LPC_2E (Laboratoire de Physique et de Chimie de l'Environnement et de l'Espace) à Orléans, à la suite d'instruments développés pour mesurer les GES et autres éléments traces dans la stratosphère. La technologie utilisée par le SPIRIT permet de mesurer simultanément plusieurs GES selon la longueur d'onde d'émission des lasers utilisés (Guimbaud et al., 2011). Dans cette étude, le laser utilisé dans le SPIRIT (longueur d'onde de 4.5 µm) permet de mesurer le N_2O et le CO_2[37].

Le principe du SPIRIT, comme les autres spectromètres infrarouges, se base sur la loi de Beer-Lambert basée sur l'absorbance des espèces chimiques à doser, ici le N_2O. Un échantillon d'air passe dans une cellule à réflexions multiples avec un débit fixé (Figure 31 & Figure 32). Le faisceau d'un laser à cascade quantique (QCL, « *Quantum Cascade Laser* ») traverse l'échantillon d'air dans la cellule où il est réfléchi plusieurs fois, jusqu'à parcourir une distance de 117 m. En sortie de la cellule, un jeu de miroirs permet de conduire le faisceau jusqu'à un détecteur optique.

La longueur d'onde d'émission du laser varie en fonction du courant d'alimentation, ce qui permet de balayer le spectre d'absorption d'une raie de N_2O et d'une raie de CO_2. La loi de Beer-Lambert permet ensuite de recalculer la concentration recherchée :

[37] Les émissions de CO_2, acquises sur les 80 placettes lors de la campagne de terrain (annexe 3) ne sont pas interprétées, l'objectif étant de se focaliser sur les émissions de N_2O.

$$A = \varepsilon \times I \times C \qquad (8)$$

Avec A l'absorbance de l'échantillon, ε le coefficient d'extinction molaire (spécifique à chaque espèce chimique, dépendant de la longueur d'onde et de la température), I la longueur du trajet optique et C la concentration de l'échantillon.

Le SPIRIT présente une excellente précision de mesure pour le N_2O, grâce à la longueur du parcours optique, la stabilité optique de la cellule à réflexions multiples, la puissance du laser QCL et du détecteur optique infrarouge. Avec le laser QCL dédié à la mesure du N_2O et CO_2, l'écart-type sur la mesure du N_2O est de 0.15 ppbv (Grossel et al., 2016). Cela conduit à une limite de détection théorique du flux de gaz d'environ ≈ 0.2 g N-N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}, en 7 minutes d'accumulation dans une chambre de 15 cm de haut.

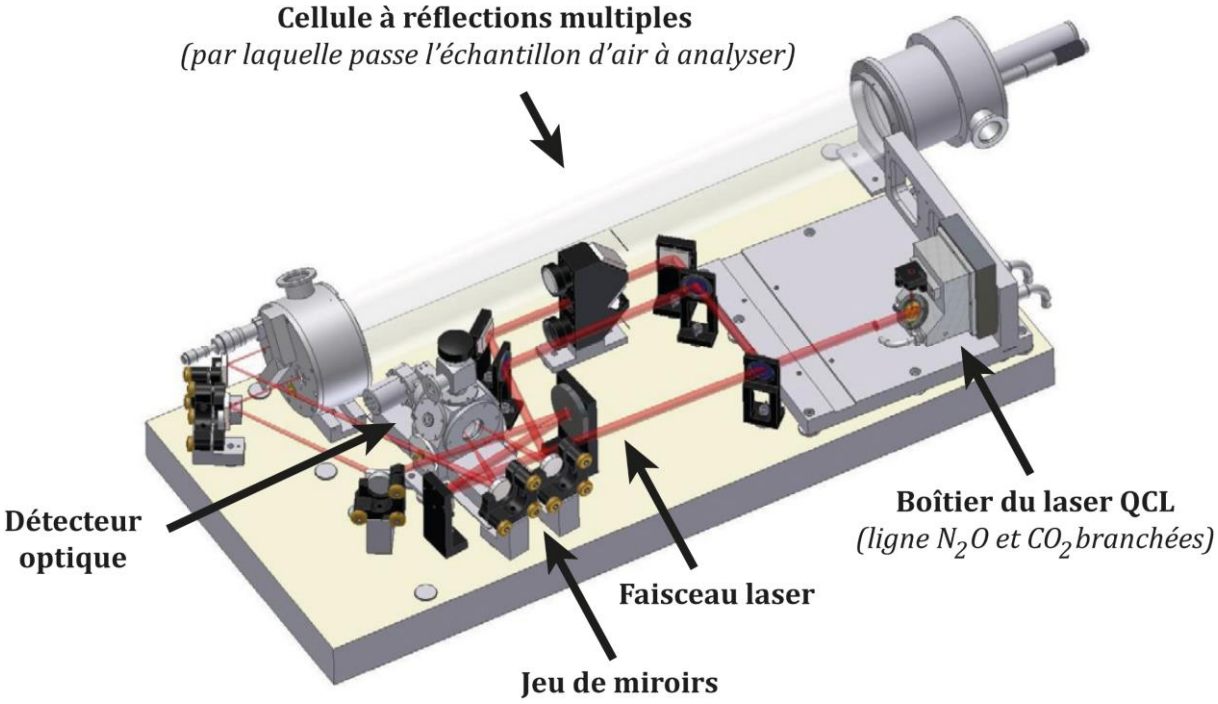


Figure 31: Schéma du banc optique du SPIRIT (modifié d'après Guimbaud et al., 2011).

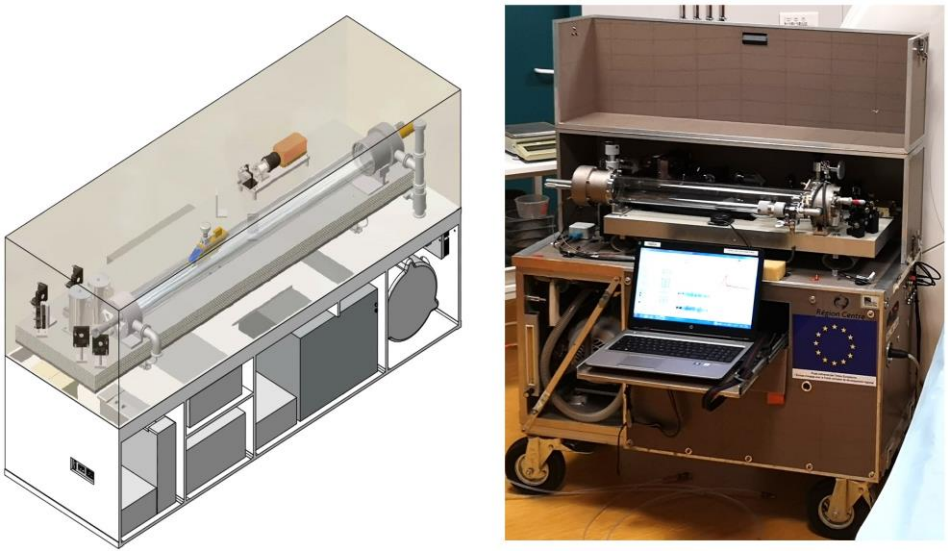


Figure 32: Vue schématique du SPIRIT (à gauche) et du SPIRIT en fonctionnement (à droite).

2.3. Mesure du N_2O à la parcelle : variabilité spatiale des émissions et dimensionnement de la chambre atmosphérique

Comme expliqué dans l'état de l'art (chapitre 1), la variabilité spatiale des émissions de N_2O émanant des sols est élevée. La production du N_2O est contrôlée à l'échelle submillimétrique. Sur le terrain comme en laboratoire, il est difficile d'appréhender l'hétérogénéité spatiale des émissions de N_2O à cette échelle ; en effet, la plus subtile des variations d'une variable écologique à l'orée des microsites (exemple : changement de T°C, de pH, d'humidité, etc.) est susceptible de faire varier la production du gaz. C'est pourquoi dans de nombreuses études traitant du sujet, la mesure de la concentration en N_2O émanant du sol est réalisée en intégrant une surface de sol à l'échelle décimétrique, comprenant des zones émettrices (des hotspots) et non-émettrices. Cela est rendu possible grâce aux dimensions connues d'une chambre atmosphérique plaquée ou insérée dans le sol : les hotspots potentiels localisés dans l'emprise au sol de la chambre atmosphérique produiront du N_2O, qui sera par la suite transmis via la porosité puis détecté par l'instrument de mesure.

Par conséquent, plus la surface de sol investiguée par la chambre atmosphérique sera grande, plus la mesure de N_2O sera intégratrice de la situation de production globale du gaz dans le sol ; cela aura pour effet d'homogénéiser la concentration mesurée, et ainsi de lisser la variabilité spatiale des émissions. *A contrario*, plus la surface au sol investiguée par la chambre atmosphérique sera petite, plus la valeur de concentration en N_2O mesurée dépeindra finement la situation de production, à une échelle très localisée. Ainsi, les phénomènes couplés de production, de transfert et d'émissions de N_2O sont mieux décrits si l'on considère seulement une petite surface de sol sur laquelle mesurer une concentration en N_2O.

Partant de ce constat, un problème se pose. Pour comprendre véritablement le déterminisme des émissions de N_2O, il est nécessaire de coupler l'information de la mesure du N_2O avec en parallèle l'analyse des nombreux paramètres influençant les émissions : la structure du sol et les transferts gazeux via le prélèvement de cylindres de sol, mais également le prélèvement de sol en vrac pour l'analyse de l'azote minéral, du pH, de l'humidité, de la texture, des matières organiques particulaires, etc. Or, ces analyses ne peuvent malheureusement pas être menées sur un seul et même cylindre de sol ; l'étude du déterminisme des émissions de N_2O nécessite par conséquent la réalisation de nombreux prélèvements de sol, donc l'accès à une surface de sol conséquente (et pas seulement quelques cm^2).

Dans le cadre de cette étude, une chambre atmosphérique de base carrée de 23.5 cm de côté a été choisie : cette surface de sol investiguée lors de la mesure du N_2O a permis l'échantillonnage d'un nombre satisfaisant de cylindres de sol, et une quantité suffisante de sol en vrac pour mener à bien différentes analyses (Figure 26, chapitre 2). Une surface plus petite aurait été certes plus judicieuse en termes d'observation fine de la situation de production du N_2O, mais n'aurait pas permis des prélèvements de sol (cylindres + sol en vrac) aussi nombreux. À l'inverse, une plus grande surface aurait permis plus de prélèvements de sol, mais aurait sans doute plus homogénéisé la variabilité spatiale des émissions car étant plus intégratrice.

2.4. Quand mesurer les émissions de N_2O à la parcelle sur OS² ?

Si l'on considère la grande variabilité spatiale et temporelle des émissions de N_2O, une question se pose : quelle est la période de l'année la plus propice pour réaliser la campagne de terrain ? Les émissions de N_2O sur le site d'OS² atteignent les valeurs les plus élevées en début de printemps, soit approximativement entre mars et mai (J. Gu et al., 2014). Cela est causé par les campagnes de fertilisation menées par les agriculteurs entre les mois de février et mai (Gu et al., 2013), ainsi que par une montée en température (diagramme ombrothermique en Figure 17, chapitre 2).

Sur le site d'OS², une étude portant sur les émissions de N_2O doit par conséquent être préférentiellement réalisée au cours de cette fenêtre temporelle, soit entre mars et mai, afin d'obtenir des émissions de N_2O contrastées. La phase de terrain s'est donc déroulée après le travail du sol, le semis du maïs et la fertilisation, qui ont eu lieu les 4 et 5 mai 2021. La date précise de la phase de terrain (du 18 au 20 mai) a été décidée par la suite en fonction des disponibilités de l'exploitant et de l'équipe de terrain INRAE.

2.5. Mise en œuvre du SPIRIT durant la campagne de terrain

Le SPIRIT est transportable et fonctionne sur du 220V. Cela nécessite la mise en route d'un groupe électrogène lorsque ce dernier est utilisé sur le terrain. Le banc optique et les mécanismes sont protégés de la poussière par un boitier spécifique, le tout relié à un ordinateur permettant de piloter l'appareil. Durant les phases de terrain, le SPIRIT ne sort pas du véhicule dimensionné pour son transport, en raison de son poids important.

La cellule à réflexions multiples du SPIRIT est alimentée en air grâce à une pompe. L'aspiration et le refoulement peuvent ainsi être connectés à tout dispositif avec recirculation de l'air. Sur le terrain, la méthode qui a été choisie pour mesurer les émissions de N_2O est une chambre d'accumulation mobile de type *fast-box*, c'est-à-dire sans insertion préalable d'embase dans le sol (Grossel et al., 2014). Les fast-box sont par ailleurs classées dans la catégorie des chambres atmosphériques dynamiques (Cowan et al., 2014a).

La fast-box utilisée pendant la phase de terrain était reliée à la cellule à réflexions multiples du SPIRIT par un tuyau de 40 mètres, dans lequel sont insérés un tube d'aspiration et un tube de refoulement. L'air circule dans le dispositif en système fermé, avec un débit de 3 litres.min^{-1}. L'emprise au sol de la fast-box est de 552 cm² (carré de 23.5 cm de côté), et la chambre d'accumulation mesure 15 cm de hauteur. Cette dernière n'est pas pourvue d'un ventilateur pour brasser l'air car jugée trop peu volumineuse. Concernant l'insolation, les parois de la fast box utilisée sont opaques. Cela empêche la mise en place d'un effet de serre à l'intérieur de la chambre d'accumulation, susceptible de faire augmenter la température (Pavelka et al., 2018) ce qui pourrait avoir une incidence sur les flux de N_2O mesurés.

Durant la phase de terrain, la fast box est en premier lieu aérée à l'air ambiant durant 1 minute et 30 secondes. Cela permet de mesurer la concentration moyenne du N_2O dans l'atmosphère avant accumulation, et ainsi purger l'air de la précédente mesure resté dans le tuyau (concentrations d'environ 336 ppbv de N_2O et 410 ppmv de CO_2 mesurées en 2019 d'après le

rapport de synthèse IPCC 2023, Calvin et al., 2023). Lors de la mesure, la fast box est plaquée fermement au sol (Figure 33) par le même opérateur durant l'intégralité des mesures de gaz pour des raisons de répétabilité. Les bords de la fast box sont colmatés avec du sol. Cela permet d'éviter les coups de vent atteignant l'intérieur de la fast box, susceptibles de créer des dépressions au niveau du sol dans la chambre et donc de modifier le flux. L'accumulation du gaz dure environ 7 minutes. Enfin, la concentration ambiante en N_2O atmosphérique doit être retrouvée entre chaque mesure, après aération de la fast-box.

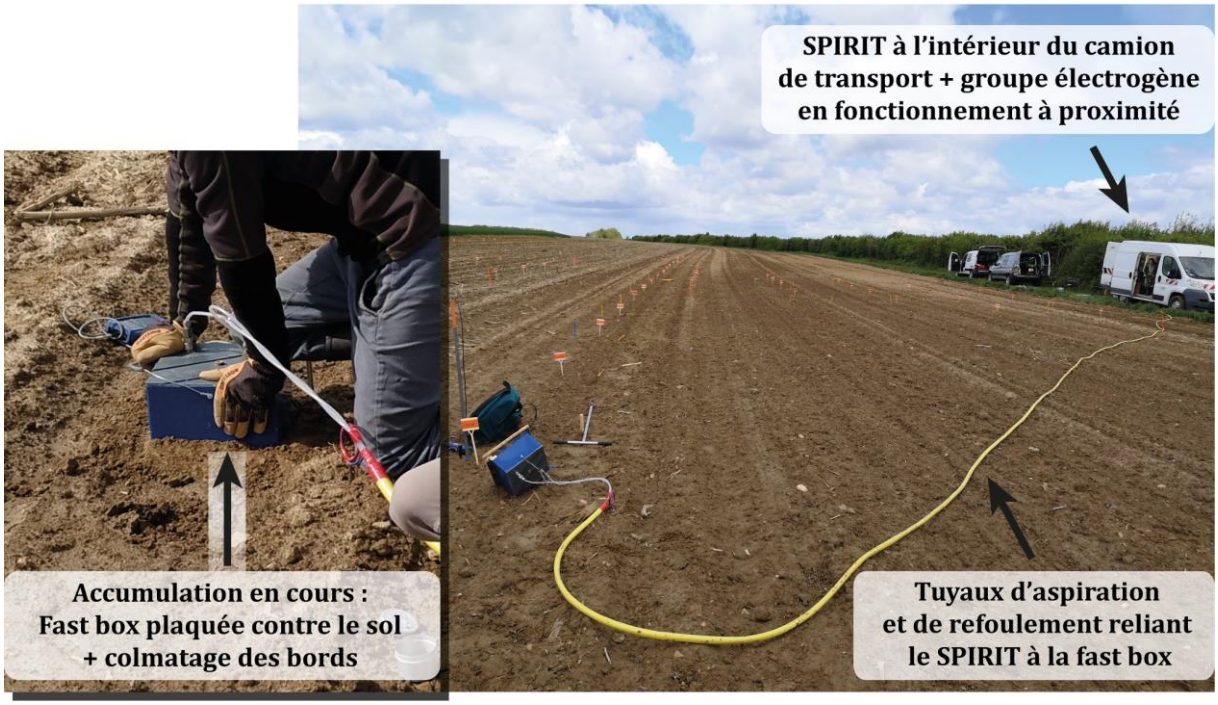


Figure 33 : Photos du dispositif de mesure des flux de N_2O et de CO_2 durant la campagne de terrain.

Au cours d'une accumulation de GES (N_2O + CO_2) réalisée à la fast box, l'ordinateur relié au SPIRIT permet de lire une valeur instantanée de concentration, avec une vitesse de rafraîchissement de 1.5 seconde. Un calcul de l'émission de N_2O sur une accumulation, basé sur une régression linéaire, est directement réalisé par le logiciel du SPIRIT. Ces valeurs de concentration instantanées sont enregistrées automatiquement pour un calcul ultérieur du flux sur le logiciel Matlab®.

2.6. Traitement numérique des émissions de N_2O

Une fois l'accumulation du N_2O par chambre atmosphérique terminée, les résultats bruts ont été extraits de l'ordinateur connecté au SPIRIT sous format ASCII.

Par la suite, les fichiers ont été traités avec Matlab®, en utilisant un programme permettant de calculer les concentrations en N_2O et en CO_2 en reprenant la méthode de Pedersen et al. (2010). Un exemple de série d'accumulations réalisées durant la phase de terrain (SPIRIT connecté à la fast box) est disponible en Figure 34. La concentration en eau sous phase vapeur est également mesurée par le SPIRIT.

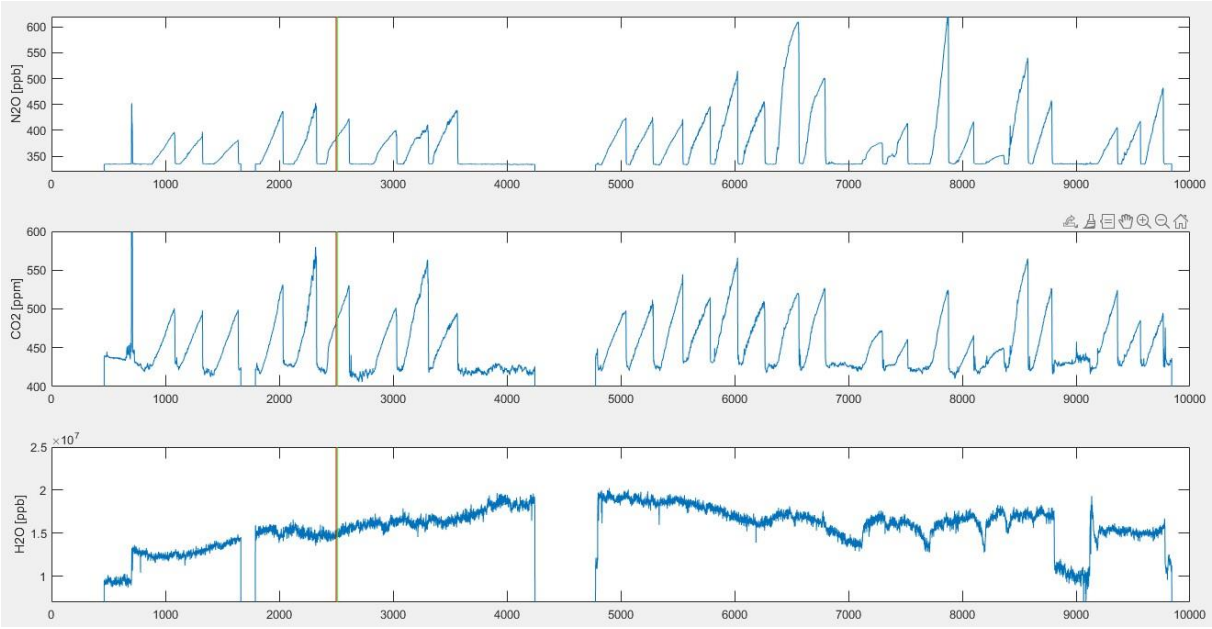


Figure 34 : Exemple d'une série d'accumulations de N_2O, CO_2 et vapeur d'eau, acquises durant la campagne de terrain avec la fast box connectée au SPIRIT.

Le flux peut être calculé à partir de la variation de concentration du gaz en fonction du temps (Cowan et al., 2014) :

$$F = \frac{V}{A} \times \frac{dC}{dt} \qquad (9)$$

Avec F le flux du gaz à étudier (nmol.$^{-1}$m².s^{-1}), V le volume de la chambre (en m^3), A la surface de la chambre (en m²) et $\frac{dC}{dt}$ la pente de la courbe $C = f(t)$. L'unité du flux de N_2O (nmol.$^{-1}$m².s^{-1}) est ensuite convertie en g N-N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}, en prenant en compte la valeur de pression et de température de l'air ambiant ainsi que la masse molaire du N_2O.

L'accumulation s'effectue en fonction de la différence de concentration de N_2O entre l'air circulant dans la porosité du sol et l'air de la chambre atmosphérique. Lorsque le gradient de concentration en N_2O entre les deux milieux diminue, la cinétique d'accumulation ralentit (Kroon et al., 2008).

Un modèle de régression adéquat est nécessaire pour ajuster au mieux les points de mesure obtenus au cours des accumulations. Le choix de ce modèle est important dans l'évaluation de la valeur du flux de N_2O. En effet, le flux de N_2O calculé en fonction du modèle de régression choisi ne sera pas le même si la courbe d'accumulation enregistrée est linéaire ou non (Kroon et al., 2008). Deux types de modèles de régression ont été utilisés :

- Le modèle de régression linéaire : cette approche est adéquate pour un temps d'accumulation court et s'effectue dans une chambre étanche. Dans ce cas, la courbe $C = f(t)$ est assimilée à une droite (Figure 35).

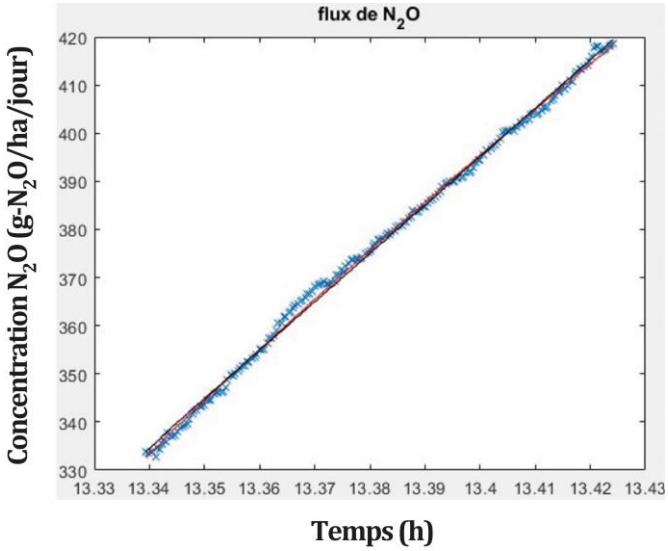


Figure 35 : Exemple d'accumulation linéaire. Le modèle de régression linéaire (droite noire) et le modèle de régression de Hutchinson & Mosier (1981) (droite rouge) se confondent avec la courbe des points de mesure (en bleu). Le modèle de régression linéaire peut par conséquent être utilisé pour calculer le flux de N_2O.

- Le modèle de régression de Hutchinson et Mosier, nommé « *HM* » (Hutchinson & Mosier, 1981; Pedersen et al., 2010) : la méthode HM, appelée également le modèle exponentiel, est basée sur des équations différentielles avec une source de concentration constante dans le sol. Le modèle HM est mieux adapté pour un temps d'accumulation long. La formule du modèle HM est la suivante :

$$C_{(t)} = C_{sol} + (C_0 - C_{sol}) \times e^{(-k \times t)} \qquad (10)$$

Avec $C_{(t)}$ la concentration en gaz mesurée à l'instant t (t > 0), C_{sol} la concentration (supposée constante) de la source du gaz (hotspot) située à une profondeur *d* sous la surface du sol, C_0 la concentration en gaz mesurée à t = 0, $k = D_p/h \times d$, avec $h = V/A$ représentant la hauteur effective de la chambre atmosphérique (*V* = volume de la chambre et *A* = surface de la section transversale). D_p désigne le coefficient effectif de diffusion des gaz dans le sol, et *t* le temps.

En effet lors d'une accumulation longue, le gradient de concentration de N_2O entre la chambre atmosphérique et le sol diminue et *C(t)* ne varie plus linéairement mais tend vers une asymptote (Figure 36). La formulation mathématique du modèle HM est également adaptée lorsqu'il y a une fuite **diffuse** dans la chambre atmosphérique, quelle que soit la durée de l'incubation (Pedersen et al., 2010).

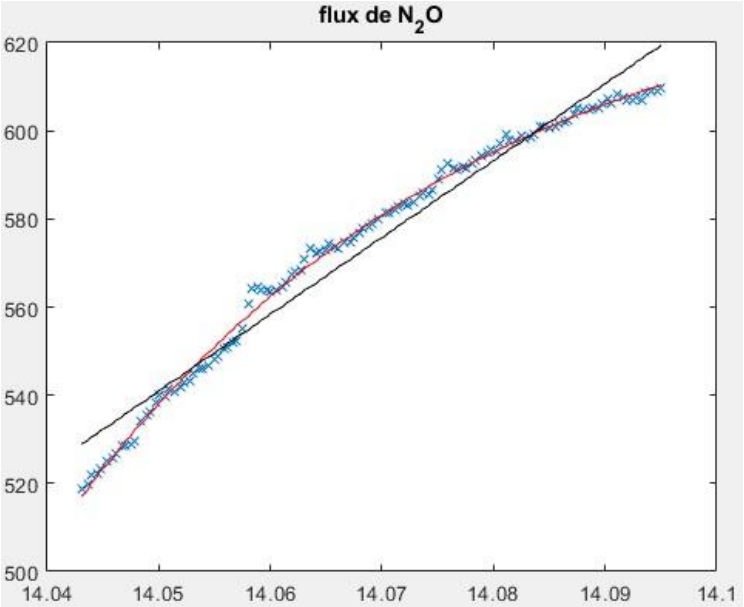


Figure 36 : Exemple d'accumulation non-linéaire du N_2O. Le modèle de régression de Hutchinson et Mosier, ici représenté par la courbe rouge, donne un bon ajustement avec la courbe des points de mesure (en bleu), permettant ainsi un meilleur calcul de flux de N_2O qu'avec le modèle de régression linéaire classique, ici la courbe noire. En l'occurrence, l'accumulation non-linéaire présentée dans cette figure est typique d'une fuite dans la chambre atmosphérique (accumulation réalisée au cours de la campagne de terrain).

En revanche, une fuite ponctuelle dans la chambre (coup de vent) peut également être caractérisée par un artéfact net sur les courbes d'accumulation de N_2O et de CO_2, avec une rupture de pente localisée.

Lors de la phase de terrain, les mesures à la fast box ont été réalisées sur des temps d'accumulation courts, de l'ordre de quelques minutes (6-7 minutes en moyenne). La plupart des courbes d'accumulation obtenues présentent des morphologies linéaires, autorisant l'utilisation du modèle de régression linéaire pour calculer les flux de GES. Néanmoins, des fuites diffuses ont eu lieu lors de quelques accumulations (exemple en Figure 36). En effet certaines courbes d'accumulation présentent une morphologie similaire au modèle HM même sur la courte durée d'accumulation, signifiant la présence de fuites diffuses lors de la mesure, donc un colmatage potentiellement insuffisant des bords de la fast box.

De nombreux essais de calculs de flux grâce au modèle HM ont été réalisés sur les accumulations non-linéaires obtenues. Même si le modèle HM donnait un bon ajustement des points, les calculs de flux se sont révélés arbitraires. En effet, les valeurs de flux de N_2O et de CO_2 calculées varient grandement suivant le positionnement par l'opérateur des bornes inférieures et supérieures sur la courbe d'accumulation, délimitant ainsi le calcul du modèle.

Il se peut que la non-linéarité observée de certaines courbes d'accumulation soit due à des fuites à la fois diffuses et ponctuelles, avec des artéfacts (ruptures de pente) observés en particulier en début d'accumulation. Ces ruptures de pentes peuvent être liées à une surpression à l'intérieur de la chambre lors de son installation, ou bien à une dépression à l'intérieur de la chambre liée à des coups de vent. Ces deux phénomènes ont pour effet d'accélérer brusquement le flux de gaz émanant du sol. Le modèle HM donne alors un

ajustement sur la courbe mathématiquement bon de la mesure de flux à l'instant t, mais surestime de fait les émissions réelles de GES.

Finalement, il a été décidé de suivre la même méthodologie que Cowan et al. (2014b) pour les concentrations de N_2O mesurées durant la campagne de terrain : le modèle de régression linéaire a ainsi été exclusivement utilisé pour calculer l'intégralité des flux, en supprimant systématiquement la première minute d'accumulation du calcul. De cette manière, les turbulences souvent enregistrées en début d'accumulation ne sont pas prises en compte. De plus, la même méthode est appliquée pour toutes les accumulations, ce qui permet une bonne répétabilité du calcul en termes métrologiques. L'application du modèle de régression linéaire sur l'intégralité des accumulations de N_2O obtenues a donc été considérée comme la méthode la moins biaisée à disposition.

Le choix d'utiliser uniquement un modèle de régression linéaire pour calculer l'ensemble des flux de gaz mesurés sur de terrain est un parti pris. Kroon et al. (2008) ont réalisé une étude portant sur les différences de valeurs de N_2O obtenues, sur les mêmes accumulations de N_2O enregistrées, avec un calcul de flux réalisé avec un modèle de régression linéaire ou un modèle exponentiel. Les auteurs ont mis en lumière le fait que les valeurs de flux obtenues avec un modèle linéaire différaient jusqu'à 60 % des valeurs de flux obtenues avec un modèle exponentiel. C'est une proportion élevée, et cela signifie que la marge d'erreur de calcul est grande entre les deux méthodes de régression.

Cependant, la variabilité spatiale observée sur le terrain est, de manière générale, très élevée, et ce postulat fait consensus. Même si les calculs de flux de N_2O réalisés dans la thèse présentent des incertitudes à cause de l'utilisation du modèle de régression linéaire, les flux présentés dans le manuscrit traduisent également cette grande variabilité spatiale, qui est bien supérieure à 60 %. La situation d'émissions observée durant la campagne de terrain sera par conséquent relativement fidèle à la réalité. En effet, l'erreur commise par l'utilisation du modèle linéaire lors du calcul des flux de N_2O est inférieure à la variabilité spatiale réelle des émissions.

Durant la phase de laboratoire, les chambres atmosphériques utilisées étaient étanches au cours des accumulations (durée d'accumulation de 6-7 minutes, similaire à la campagne de terrain), et le modèle de régression linéaire a également été utilisé pour calculer l'intégralité des flux de N_2O.

3. Étude des flux de N_2O mesurés à la parcelle au sein des quatre modalités de travail du sol

Les flux de N_2O mesurés sur 80 placettes lors de la campagne de terrain du 18 et 19 mai 2021 varient de 4 à 333 g N-N_2O.ha.$^{-1}$jour^{-1} (valeur médiane de 28 g N-N_2O.ha.$^{-1}$jour^{-1}). Le Tableau 6 présente les valeurs brutes des 80 mesures de N_2O, classées par ordre croissant.

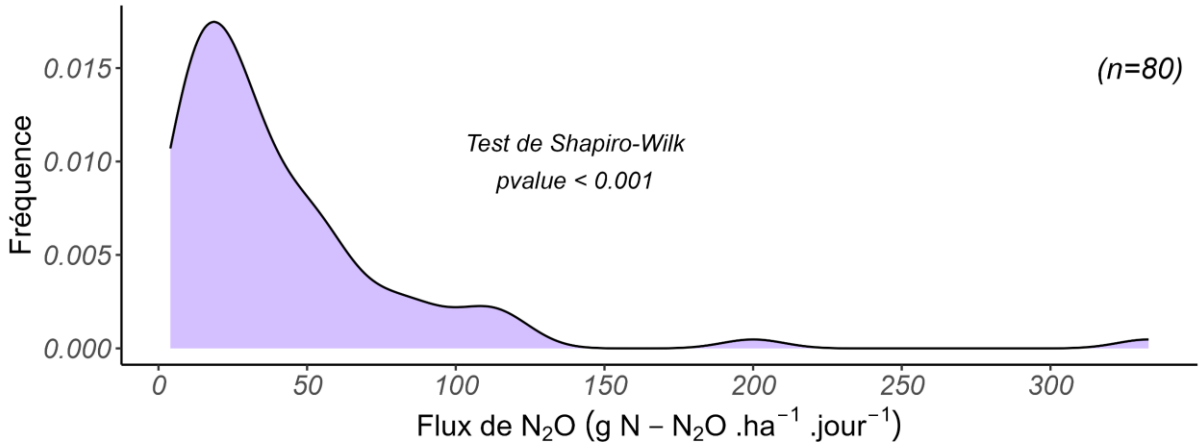
Tableau 6 : Liste de l'ensemble des valeurs de flux de N_2O, acquis à la fast box, sur chacune des 80 placettes.

Labour non-tassé (n=20)	émissions N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	Labour tassé (n=20)	émissions N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	Labour non-tassé (n=20)	émissions N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	Labour non-tassé (n=20)	émissions N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)
Lnt18	4	Lt14	5	Snt5	9	St17	23
Lnt2	6	Lt2	11	Snt2	10	St14	27
Lnt19	7	Lt3	11	Snt10	13	St16	28
Lnt4	7	Lt8	11	Snt14	16	St20	31
Lnt7	7	Lt13	17	Snt12	28	St15	33
Lnt1	10	Lt4	18	Snt17	28	St6	39
Lnt13	10	Lt12	19	Snt13	32	St1	41
Lnt5	10	Lt16	19	Snt3	34	St4	41
Lnt9	10	Lt1	20	Snt7	42	St5	41
Lnt14	11	Lt6	21	Snt19	50	St12	44
Lnt3	11	Lt7	22	Snt18	53	St7	50
Lnt17	13	Lt9	22	Snt15	57	St2	51
Lnt8	16	Lt15	26	Snt8	59	St18	54
Lnt10	18	Lt5	30	Snt9	76	St9	54
Lnt11	20	Lt11	32	Snt1	84	St13	57
Lnt12	22	Lt17	32	Snt16	106	St19	63
Lnt16	22	Lt10	53	Snt4	113	St10	70
Lnt20	22	Lt20	71	Snt6	115	St8	82
Lnt15	24	Lt18	92	Snt20	200	St3	89
Lnt6	37	Lt19	121	Snt11	333	St11	106

3.1. Représentation graphique des flux de N_2O mesurés à la parcelle

3.1.1. Flux de N_2O mesurés sur l'ensemble des placettes (n = 80)

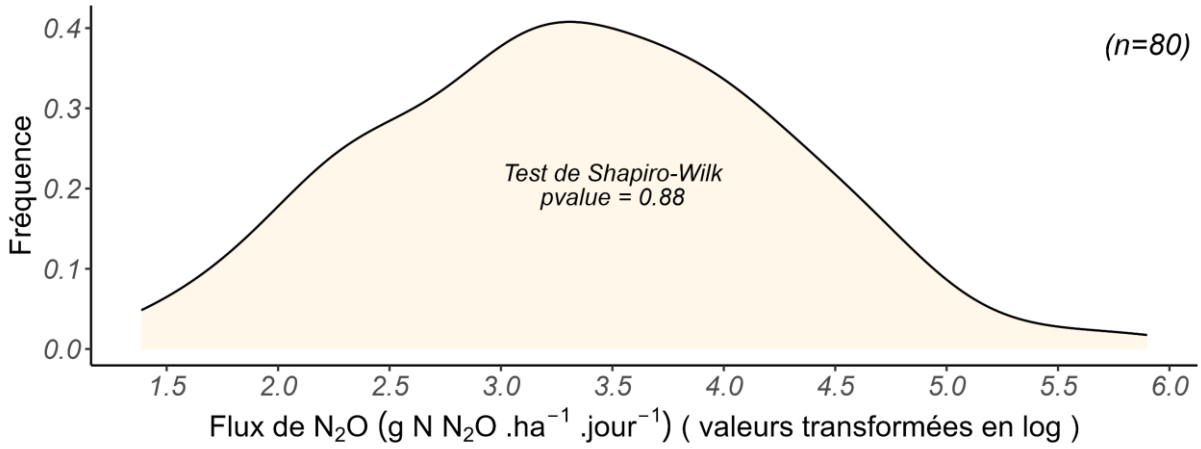
Les 80 valeurs de flux de N_2O mesurées durant la campagne de terrain ont été projetées sous la forme d'une courbe de densité (Figure 37). La distribution des valeurs a un coefficient de symétrie positif (skewness = 3.6) ; la distribution est par conséquent asymétrique, avec une classe modale décalée à gauche de la médiane et une queue de distribution étalée vers la droite (morphologie de distribution en « L »). Le coefficient d'aplatissement présente une valeur supérieure à 3 (kurtosis = 18.1), ce qui indique que la distribution n'est pas normale. Cette observation est confirmée par un test de Shapiro-Wilk (p-value < 0.001). La distribution paraît cependant visuellement log-normale.



skewness	kurtosis	median
3.6	18.1	28

Figure 37 : Distribution de l'ensemble des émissions de N_2O mesurées durant la campagne de terrain (18 et 19 mai 2021). Les coefficients d'aplatissement (kurtosis), de symétrie (skewness) et la médiane ont été calculés, et la normalité de la distribution a été testée (test de Shapiro-Wilk).

Afin de tester la log-normalité supposée des émissions de N_2O mesurées, l'intégralité des valeurs ont été transformées en log_{10}, et projetées sous la forme d'une courbe de densité (Figure 38). Les coefficients de symétrie et d'aplatissement présentent des valeurs proches de zéro, indiquant une relative symétrie des données autour de la classe modale. Un test de Shapiro-Wilk a été réalisé, et confirme que la distribution est normale (pvalue = 0.88). La courbe de densité est de type gaussienne. Cela atteste que les valeurs de flux de N_2O mesurées sur le terrain, non-transformées en log_{10} (Figure 37), présentent une distribution log-normale.



skewness	kurtosis	median
0.1	-0.2	3.3

Figure 38 : : Distribution de l'ensemble des émissions de N_2O mesurées durant la campagne de terrain, transformées en log_{10}.

3.1.2. Flux de N_2O mesurés dans les deux groupes de modalité : strip till/labour et tassé/non-tassé (n = 40)

Les distributions des émissions de N_2O, mesurées respectivement dans la zone labourée et la zone en strip till[38], ainsi que dans la zone tassée et la zone non-tassée[39], sont non-normales (Figure 39). Cela est vérifié par un test de Shapiro-Wilk, significatif pour chacune des situations décrites avec un effectif de 40 mesures de N_2O. En zone labourée (Figure 39.a), les flux de N_2O mesurés sont moins dispersés vers les hautes valeurs que dans la zone en strip till, avec une forte densité d'émissions vers des valeurs de flux de N_2O faibles. En revanche, les distributions des émissions mesurées respectivement en zone tassée et non-tassée (Figure 39.b) sont relativement similaires, bien que la médiane de la distribution des flux mesurés en zone non-tassée soit légèrement plus faible que celle de la distribution des émissions en zone tassée.

La log-normalité a été testée pour les distributions de flux de N_2O mesurés respectivement en strip till, en labour, en zone non-tassée et en zone tassée (n = 40 pour chacune des séries). Les valeurs ont été transformées en log_{10}, et un test de Shapiro-wilk a été réalisé (annexe 4). Il apparaît que les quatre distributions sont normales (selon le test de Shapiro-wilk ; cependant les courbes ne ressemblent morphologiquement pas à des gaussiennes, voire annexe 4), attestant d'une distribution log-normale des flux de N_2O présentés en Figure 39.

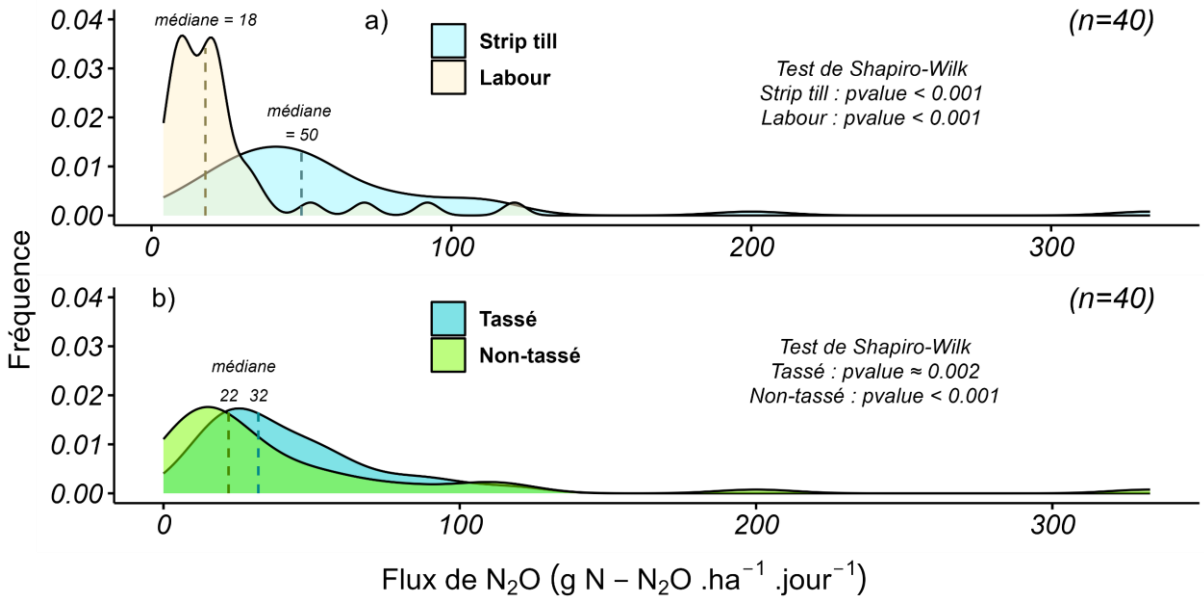


Figure 39 : Distribution des émissions de N_2O mesurées dans la zone travaillée en strip till (n = 40) et dans la zone travaillée en labour (n = 40) (a), dans la zone tassée par le passage d'engin (n = 40) et dans la zone non-tassée (n = 40) (b).

[38] L'échantillon *Labour* (n = 40) correspond aux émissions de N_2O mesurées respectivement dans les zones tassées et non-tassées de la bande labourée de la parcelle. L'échantillon *Strip till* (n = 40) correspond aux émissions de N_2O mesurées respectivement dans les zones tassées et non-tassées du strip till.

[39] L'échantillon *Tassé* (n = 40) correspond aux émissions de N_2O mesurées dans les zones tassées de la parcelle, respectivement en labour et en strip till. L'échantillon *Non-tassé* (n = 40) correspond aux émissions de N_2O mesurées dans les zones non-tassées de la parcelle, respectivement en labour et en strip till.

Pour n = 40, la somme cumulée des émissions de N_2O mesurées dans la zone travaillée en strip till est plus de 2 fois plus élevée que dans la zone travaillée en labour (Figure 40). En revanche, le degré de tassement du sol ne semble pas affecter la somme cumulée des émissions.

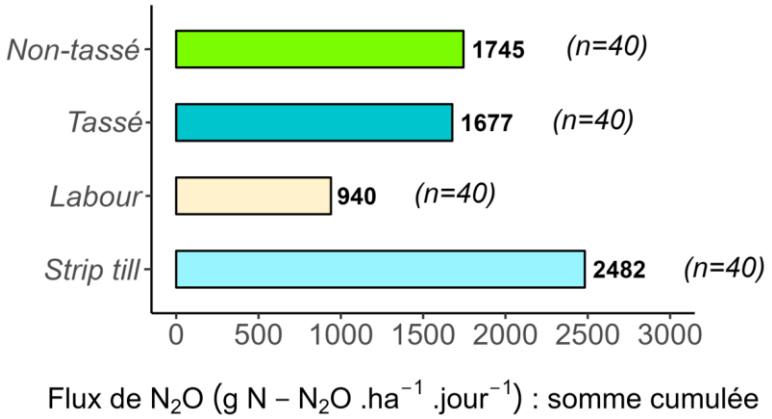


Figure 40 : Somme cumulée des émissions de N_2O acquises durant la campagne de terrain du 18 et 19 mai 2021. Le N_2O a été mesuré dans la zone travaillée en strip till (n = 40), dans la zone travaillée en labour (n = 40), dans la zone tassée par le passage d'engin (n = 40) et dans la zone non-tassée (n = 40).

Les flux de N_2O mesurés dans la zone en strip till et la zone labourée ont été projetés sous forme de raincloud (Figure 41.a), ainsi que flux de N_2O mesurés dans la zone tassée et la zone non-tassée (Figure 41.b). Dans les situations a) et b), les différences entre les tendances centrales des échantillons statistiques ont été testées, au moyen d'un test de Wilcoxon Mann-Whitney.

Une différence significative[40] est observée entre les deux échantillons statistiques *Labour* et *Strip till* (Figure 41.a). La valeur médiane des émissions de N_2O est plus faible en labour (médiane = 18 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$) qu'en strip till (médiane = 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$). La parcelle en strip till présente également une plage de distribution des flux de N_2O plus étendue vers les hautes valeurs que la parcelle labourée (valeur de flux maximum en strip till de 333 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$, contre 121 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ en zone labourée). Concernant le degré de tassement (Figure 41.b), il s'avère que la puissance du test de Wilcoxon Mann-Whitney est insuffisante pour avoir confiance dans le résultat du test ; aucune conclusion ne peut être tirée.

[40] Choix d'un test de Wilcoxon Mann-Whitney (distribution non-normale, variance non-homogène) pour tester la significativité de la différence entre les échantillons *Strip till* et *Labour*. La puissance du test est satisfaisante (93 %).

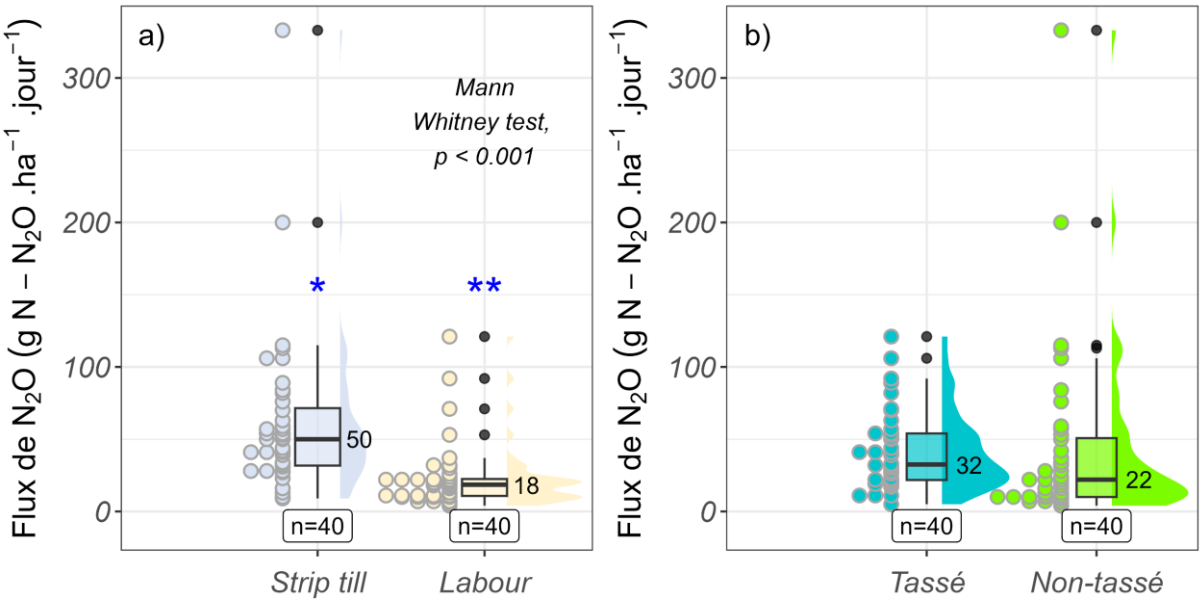


Figure 41 : Projection des émissions de N_2O, mesurées en a) dans la zone en strip till et la zone labourée, et en b) dans la zone tassée et la zone non-tassée. Des tests de Wilcoxon Mann-Whitney ont été effectués dans les situations a) et b).

3.1.3. Flux de N_2O mesurés dans les quatre modalités de travail du sol (n = 20 : labour non-tassé, labour tassé, strip till non-tassé & strip till tassé)

Quatre histogrammes présentent les émissions de N_2O mesurées pour chaque placette durant la campagne de terrain, pour les quatre modalités de travail du sol[41] (Figure 42). On observe que les émissions mesurées dans la zone en *strip till non-tassé* présentent les valeurs les plus élevées du jeu de données, avec 5 valeurs extrêmes dépassant 100 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (contre seulement une valeur extrême pour les zones en *strip till tassé* et *labour tassé*). Les placettes de sol situées en *labour non-tassé* présentent les émissions de N_2O les plus faibles parmi les quatre modalités de travail du sol étudiées, avec une valeur maximum de flux de N_2O de 37 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (placette Lnt6, Tableau 6).

[41] Les quatre modalités de travail du sol (*strip till non-tassé*, *strip till tassé*, *labour non-tassé* et *labour tassé*) désignent quatre échantillons statistiques comprenant n = 20 individus, tirés de la population des 80 mesures de N_2O acquises au cours de la campagne de terrain.

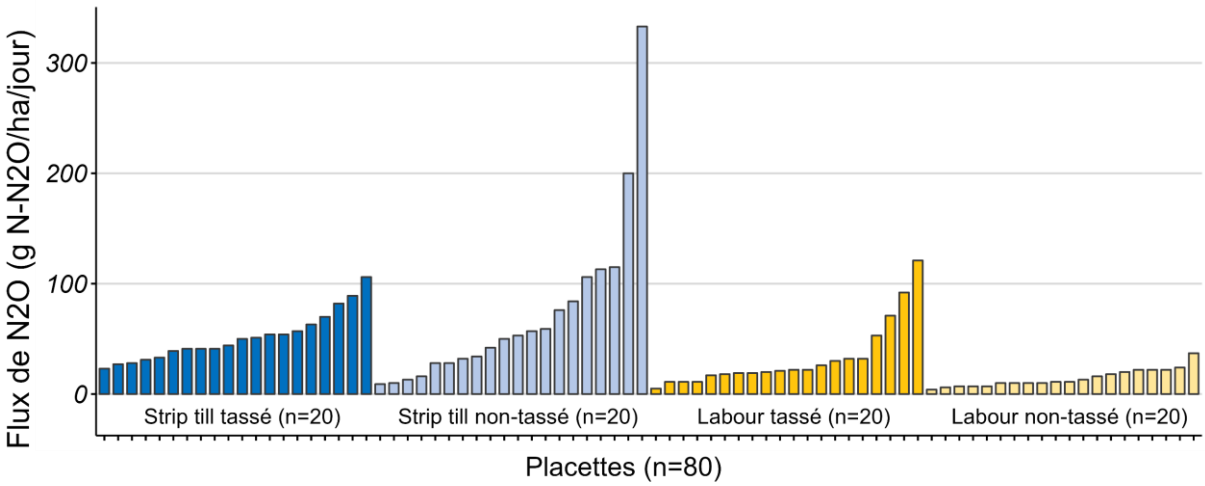


Figure 42 : Au sein des quatre modalités de travail du sol (*strip till tassé, strip till non-tassé, labour tassé, labour non-tassé*), histogrammes des émissions de N_2O mesurées, triées par ordre croissant (n = 20 pour chacune des quatre modalités).

Les flux de N_2O mesurés dans les quatre modalités de travail du sol ont été projetés sous forme de raincloud (Figure 43). La normalité des distributions des quatre modalités de travail du sol (n = 20) a été testée (test de Shapiro-Wilk) : seule la distribution de la modalité *strip till tassé* est normale selon le test statistique (*pvalue* de 0.09, H0 non-rejetée). La significativité de la différence entre les tendances centrales des quatre modalités de travail du sol a été testée avec un test non-paramétrique (test de Kruskal & Wallis, puissance du test ≈ 98 %) (Figure 43). Le test étant significatif, une comparaison deux à deux a été réalisée : il s'avère que l'échantillon *labour non-tassé* présente des flux de N_2O significativement plus faibles (médiane de 11 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$) que les échantillons *strip till tassé* et *strip till non-tassé* (médianes respectives de 47 et 52 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$).

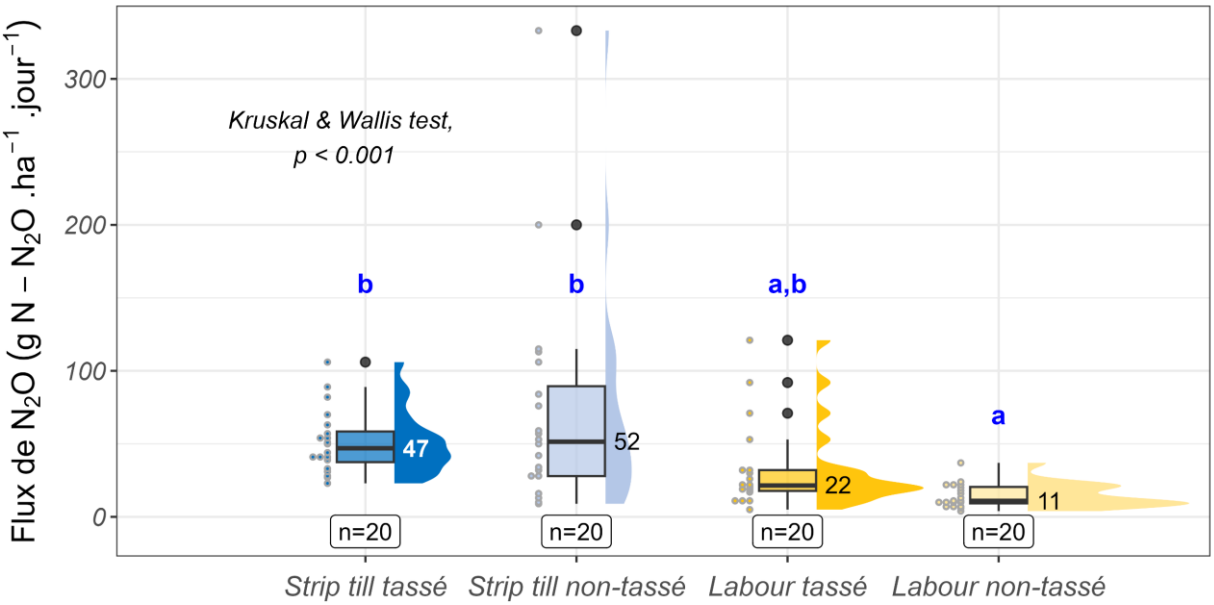


Figure 43 : Rainclouds des émissions de N_2O mesurées sur les quatre modalités de travail du sol.

3.2. Discussion : les flux de N_2O semblent contrôlés par la manière de travailler le sol

Pour commencer, la distribution de la courbe de densité des 80 mesures de N_2O effectuées est log-normale (Figure 37), un constat en accord avec la littérature. En effet, de nombreux processus microbiens induisent des données distribuées de manière log-normale (Parkin & Robinson, 1992). Selon Aitchison & Brown (1957) (cité dans Röver et al., 1999), une distribution log-normale d'une variable est issue de l'expression conjointe et simultanée de nombreux facteurs : cela correspond au phénomène multifactoriel des émissions de N_2O. En effet, de nombreux auteurs rapportent des distributions log-normales lors d'études spatialisées des émissions de N_2O, caractéristiques d'une grande hétérogénéité spatiale (Arah et al., 1991; Li et al., 2013; Parkin, 1993; Röver et al., 1999; Velthof & Oenema, 1995; Yanai et al., 2003).

Nombre de publications existent à propos de l'influence des pratiques agricoles relatives au travail du sol sur les émissions, et plus spécifiquement concernant l'opposition labour conventionnel et le non-labour. De multiples auteurs avancent que le labour conventionnel induit des émissions de N_2O plus faibles que les flux de N_2O émis des parcelles dont l'horizon cultivé n'est pas travaillé (Baggs et al., 2003; Ball, Crichton, et al., 2008; Ball et al., 1999; Burford et al., 1981; X. J. Liu et al., 2006; MacKenzie et al., 1998; Rochette, Angers, et al., 2008; Six, Ogle, et al., 2004). Ball et al. (2008) reportent des flux de N_2O jusqu'à 35 fois plus élevés provenant de sols non-travaillés que de sols labourés. Cet état de fait est attribué à une teneur en eau plus élevée dans les sols non-travaillés, induisant une aération restreinte propice à la dénitrification (Baggs et al., 2003; Rochette, Angers, et al., 2008). Selon Ball et al. (2008), l'explication de cette observation réside également dans la dispersion des microsites qui produisent activement du N_2O lors de l'aération du sol par le labour, ce qui a pour effet de diminuer les flux.

Certains auteurs ont cependant observé le phénomène inverse, c'est-à-dire des flux de N_2O plus élevés provenant d'un labour conventionnel par rapport aux flux d'une parcelle dont le sol n'a pas été travaillé (Chatskikh & Olesen, 2007; Elder & Lal, 2008; E. G. Gregorich et al., 2008; Ussiri et al., 2009). Cependant, l'étude de Elder & Lal (2008) a été réalisée sur des sols très riches en matières organiques, donc un contexte pédologique bien particulier. Ussiri et al. (2009) attribuent les flux de N_2O observés dans leur étude, plus élevés en zone labourée qu'en zone non-travaillée, au fait que le sol des parcelles non-labourées n'aient pas été travaillés depuis longtemps. Selon les auteurs, cela induirait une masse volumique de l'horizon de surface plus faible, qui expliquerait potentiellement les dynamiques d'émissions observées.

L'influence du travail du sol, et particulièrement entre le labour conventionnel et le fait de ne pas travailler le sol, induit des observations contradictoires reportées dans la littérature. Selon Signor & Cerri (2013), le fait de labourer le sol affecte les flux de N_2O en raison des multiples variations de facteurs environnementaux qui en découlent. On peut citer un changement de la température et de la teneur en eau du sol, mais également un changement de la structure

du sol donc de son aération, ou encore un changement de l'activité microbienne et du taux de minéralisation des résidus de culture.

L'étude des flux de N_2O observés à la parcelle, réalisée dans le cadre de la thèse, ne s'inscrit pas tout à fait dans la situation de comparaison entre zone labourée et zone non-travaillée, situation bien documentée dans la littérature. Une comparaison des émissions de N_2O a été réalisée entre une zone travaillée en strip till, et une zone travaillée en labour. Une publication traitant du sujet a été trouvée. Chen et al. (2018) ont comparé les émissions de N_2O annuelles de parcelles cultivées avec différentes variétés (soja, maïs, tabac, potiron), le sol des parcelles étant respectivement travaillé en strip till et en labour conventionnel.

Les auteurs ont déterminé que les émissions de N_2O annuelles (étude répartie sur trois ans) étaient plus faibles en strip till qu'en labour. Ce résultat est contradictoire avec la tendance forte mise en lumière dans la Figure 41.a, selon laquelle les émissions observées en zone labourée sont significativement plus faibles que les émissions observées en strip till. Cependant, Chen et al. (2018) ont installé leur chambre de mesure statique à la fois dans les inter-rangs des sillons de strip till, mais également sur les sillons produits par le travail du sol en bande caractérisant le strip till. De ce fait, la mesure des émissions de N_2O sur la zone en strip till diffère sur ce point avec la méthodologie de mesure adoptée durant la phase de terrain de la thèse. De plus, notre étude est également différente car n'impliquant qu'une seule campagne de mesure des flux. Les résultats de la thèse ne peuvent donc pas être comparés directement aux résultats de Chen et al. (2018), en raison du pas de temps adopté différent pour les deux études, mais également de l'installation des chambres atmosphériques par les auteurs à la fois dans les inter-rangs et sur les sillons en zone cultivée en strip till.

Dans le cadre de la thèse, les flux de N_2O n'ont été mesurés que dans les inter-rangs de la zone en strip till, là où le sol est non-travaillé. La situation étudiée ressemble par conséquent à une comparaison entre des flux de N_2O mesurés dans une parcelle où le sol est non-travaillé, et des flux de N_2O mesurés dans une parcelle labourée. Si tel était le cas, l'observation tirée des résultats de la thèse serait la même que celles de certains auteurs, à savoir que la zone non-travaillée émet plus de N_2O que la zone labourée (Baggs et al., 2003; Ball, Crichton, et al., 2008; Burford et al., 1981; X. J. Liu et al., 2006; MacKenzie et al., 1998; Rochette, Angers, et al., 2008; Six, Ogle, et al., 2004).

Le labour a pu disperser des hotspots producteurs de N_2O (centre d'agrégats anoxique, matières organique particulaires, etc.), occasionnant une oxygénation de ces microsites (selon l'hypothèse de Ball et al., 2008). Cela pourrait avoir comme effet d'augmenter le potentiel redox au sein de ses microsites, et de ralentir voire stopper la production de N_2O par dénitrification. De plus, Il se pourrait également que l'activité microbienne du sol soit plus fonctionnelle en strip till qu'en labour. Zuber & Villamil (2016) ont réalisé une méta-analyse sur l'effet du labour sur la microbiologie du sol. Les auteurs ont déterminé que les biomasses microbiennes étaient plus grandes, associées à des activités enzymatiques plus fortes, dans les parcelles où le sol n'est pas travaillé (ou ayant subi un travail du sol réduit, comme avec un

chisel[42]), comparé à des parcelles dont le sol est labouré. Associé à une aération potentiellement restreinte, il se pourrait par conséquent que des réactions métaboliques comme la dénitrification soient favorisées dans le sol cultivé en strip till, conduisant à de plus fortes émissions de N_2O.

La méta-analyse de van Kessel et al. (2013) pourrait aider à la compréhension de la différence des flux de N_2O observés entre la zone labourée et la zone en strip till. Les auteurs affirment que lorsqu'une parcelle, initialement labourée, n'est plus travaillée, les émissions de N_2O sont généralement plus élevées sur une durée de 10 ans en moyenne après la conversion. La raison potentielle est l'augmentation de la masse volumique induisant un accroissement du WFPS, ce qui tend à augmenter l'intensité des émissions. Dans le cadre de la thèse, l'intégralité de la parcelle (zone en strip till et zone labourée échantillonnées durant la phase de terrain) a été labourée en décembre 2020, soit 6 mois avant la réalisation de la campagne de terrain. L'exploitant a ensuite laissé reposer le sol jusqu'en mai 2021. Puis le 5 mai 2021, une partie de la parcelle a été spécifiquement travaillée en strip till, et l'autre partie en labour pour les besoins de la thèse (en même temps que le semis du maïs et la fertilisation).

Dans le cadre de la thèse, l'horizon superficiel travaillé en strip till présente une masse volumique plus élevée que dans la partie labourée (non-tassée) de la parcelle, induisant un WFPS plus élevé (comme le montre la Figure 30.b du chapitre 2), et donc potentiellement des émissions de N_2O mesurées plus fortes.

Le degré de tassement du sol ne paraît pas affecter la dynamique des émissions de N_2O de la même manière en strip till qu'en labour (Figure 43). En effet concernant la zone labourée, le fait d'avoir tassé le sol par le passage d'un engin (traduit par la modalité *labour tassé*) semble induire une augmentation des valeurs de flux de N_2O. Cette observation est en accord avec la revue littérature de Pulido-Moncada et al. (2022), à propos de l'augmentation des émissions de N_2O avec le tassement des sols cultivés. Les auteurs affirment que le tassement du sol peut accroître les émissions de N_2O, notamment en raison de son impact sur la structure du sol (diminution du volume de pores, de la tortuosité et de la connectivité du réseau poreux du sol). Ces phénomènes sont susceptibles de favoriser l'anaérobiose par diminution de la capacité d'oxygénation du sol.

En revanche, le fait d'avoir tassé le sol par un passage d'engin dans la zone en strip till ne semble pas avoir eu d'effet notable sur les émissions de N_2O enregistrées (Figure 43). Il se pourrait que la structure du sol de la parcelle cultivée en strip till soit moins sensible au tassement que le sol labouré, qui se traduirait par l'absence significative de modification des flux de N_2O mesurés sur les placettes en strip till tassé et non-tassé.

En conclusion, il peut être avancé qu'à la date de la campagne, durant un pic d'émissions printanier, dans le même contexte pédoclimatique, la même culture de maïs et la même dose de fertilisant azoté épandue, le travail de l'horizon superficiel du sol selon deux pratiques

[42] Utilisation d'un cultivateur à dent, instrument aratoire permettant de travailler le sol sans le retourner, utilisé pour ameublir et préparer un lit de semence (Raper, 2005).

agricoles différentes (strip till et labour) semble avoir eu une **influence forte** sur les émissions de N_2O observées.

4. Influence des facteurs proximaux analysés sur les flux de N_2O mesurés à la parcelle

À partir de ce sous-chapitre jusqu'à la fin du manuscrit, l'intégralité des résultats présentés sont relatifs aux 24 placettes d'intérêt, choisies pour leurs flux contrastés parmi les 80 mesures de N_2O et dont l'horizon superficiel du sol a été prélevé (Figure 25, chapitre 2).

Les 24 valeurs de flux de N_2O, mesurées sur les 24 placettes échantillonnées, ont été représentées graphiquement en Figure 44. Nous avons choisi de stratifier les émissions de N_2O selon deux modalités, les *placettes à émissions faibles* et les *placettes à émissions fortes*, en fixant une valeur seuil à 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$.

Ainsi, les facteurs proximaux et les facteurs liés à la structure du sol seront comparés entre les modalités *placettes à émissions faibles* et *placettes à émissions fortes*. Cela permettra de mettre en lumière d'éventuelles différences de structure du sol et autres facteurs environnementaux entre les deux modalités, contrôlant potentiellement l'intensité des émissions de N_2O observées. En effet en choisissant volontairement d'échantillonner respectivement les hotspots présumés et les zones faiblement émettrices, les différences éventuelles entre les facteurs proximaux et les facteurs liés à la structure du sol seront potentiellement exacerbées.

Les émissions de N_2O moyennes annuelles mesurées sur le secteur d'OS² sont comprises entre 5 et 10 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (comm. pers. Agnès Grossel, valeurs issues d'une base de données INRAE synthétisant les flux de N_2O sur le secteur d'OS² mesurés depuis 15 ans ; données non-présentées). La valeur seuil de 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$, marquant la limite entre les placettes à émissions faibles et fortes, a été choisie relativement à des valeurs de flux de N_2O précédemment observées à cette période de l'année dans d'autres campagnes de terrain. En effet, une valeur supérieure à 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ est très élevée même en période de pic de N_2O printanier, et marque probablement la présence d'un hotspot.

Ainsi, la modalité *placettes à émissions faibles* comprend 15 valeurs de flux de N_2O, contre 9 valeurs pour la modalité *placettes à émissions fortes* (Figure 44 & Tableau 7). En effet, les trois placettes dont les émissions étaient élevées au sein de la modalité *labour non-tassé*, choisies au cours de la campagne de terrain (Figure 25), se situaient dans les mêmes ordres de grandeur que les placettes à émissions faibles des trois autres modalités, soit en dessous de 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$.

Dans ce chapitre, seules les comparaisons entre les facteurs proximaux échantillonnés au sein des placettes à émissions faibles et fortes sont présentées. Les comparaisons entre les facteurs liés à la structure du sol, échantillonnés au sein des placettes à émissions faibles et fortes, sont présentées dans le chapitre 5.

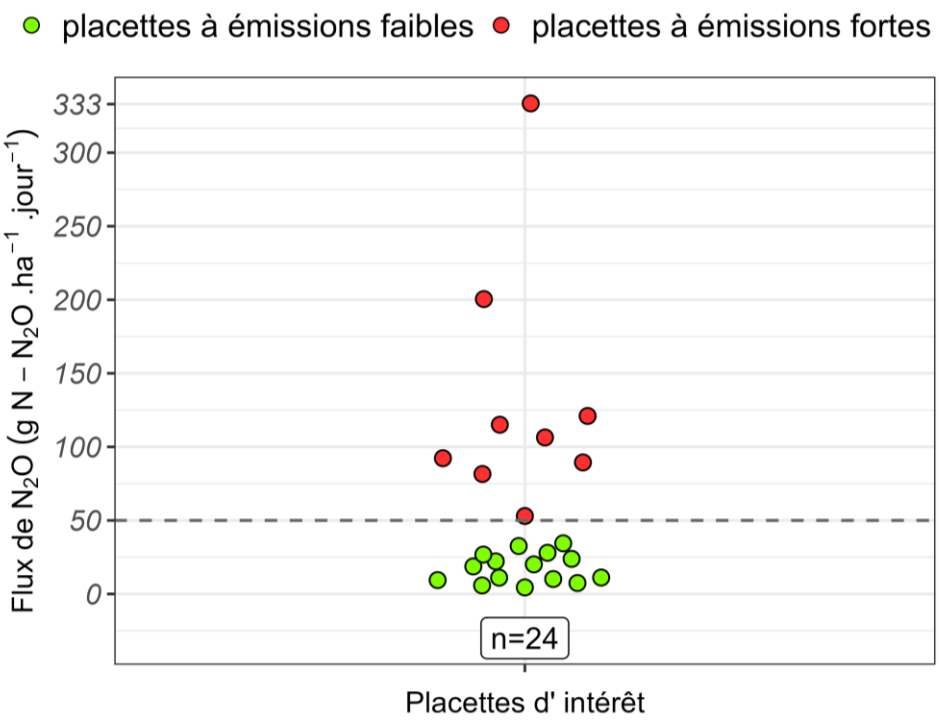


Figure 44 : Stratification des valeurs de flux de N_2O mesurées sur le terrain, selon les modalités *placettes à émissions faibles* et *placettes à émissions fortes.* La valeur seuil fixée entre les deux modalités est de 50 g N-N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}.

Tableau 7 : Tableaux récapitulatifs des émissions de N_2O mesurées sur le terrain, sur les placettes à émissions « faibles » (< 50 g N-N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}, n =15, en vert) et sur les placettes à émissions « fortes » (> 50 g N-N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}, n =9, en rouge).

Placettes à émissions faibles (n=15)	*Flux N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)*
Lnt18	4
Lnt2	6
Lnt19	7
Snt5	9
Snt2	10
Lt2	11
Lt8	11
Lt12	19
Lnt11	20
Lnt16	22
Lnt15	24
St14	27
St16	28
St15	33
Snt3	34

Placettes à émissions fortes (n=9)	*Flux N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)*
Lt10	53
St8	82
St3	89
Lt18	92
St11	106
Snt6	115
Lt19	121
Snt20	200
Snt11	333

Le Tableau 8 résume les valeurs minimums, médianes et maximums des facteurs proximaux caractéristiques du sol prélevé sur les 24 placettes d'intérêt lors de la campagne de terrain. Le Tableau 9 résume les valeurs brutes des facteurs proximaux analysés pour chaque placette d'intérêt.

Tableau 8 : Statistiques descriptives des facteurs proximaux caractéristiques des 24 placettes d'intérêt échantillonnées lors de la campagne de terrain.

Paramètre (n=24)	Minimum	Médiane	Maximum
N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	4.5	27.4	333.5
WFPS (%)	50.9	64.6	75.3
Température sol (°C)	11.7	14.7	17.1
NO3- (mg N/kg)	21.7	76.5	148.8
NH4+ (mg N/kg)	1.6	35.0	96.7
pH	5.9	6.5	7.2
POM (g/kg)	18.3	24.8	36.6
CEC (cmol+/kg)	9.2	10.8	12.9
Argile (0-0.002 mm, g/kg)	147.0	178.5	203.0
Limon (0.002-0.05 mm, g/kg)	763.0	778.5	812.0
Sable (0.05-2 mm, g/kg)	34.0	42.5	49.0
C tot (g/kg)	8.9	11.6	13.8
N tot (g/kg)	1.1	1.3	1.6
C/N	8.0	8.6	9.6

Tableau 9 : Valeurs brutes des facteurs proximaux analysés sur chacune des 24 placettes d'intérêt lors de la campagne de terrain.

Placettes	N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	WFPS (%)	Température sol (°C)	NO3- (mg_N/kg)	NH4+ (mg_N/kg)	pH	POM (g/kg)	CEC (cmol+/kg)	Argile (0_0.002 mm, g/kg)	Limon (0.002_0.05 mm, g/kg)	Sable (0.05_2 mm, g/kg)	C tot (g/kg)	N tot (g/kg)	C/N
Lnt11	20	61	11.9	82	76	5.9	27	10.0	182	777	41	11.2	1.3	8.8
Lnt15	24	57	14.8	22	2	7.2	21	11.0	168	787	45	9.9	1.1	9.0
Lnt16	22	51	14.7	85	97	5.9	24	9.7	175	782	43	11.5	1.4	8.5
Lnt18	4	61	12.1	71	47	6.2	22	10.2	172	780	48	11.6	1.3	8.7
Lnt19	7	61	14.6	33	4	6.7	25	10.4	167	788	45	11.9	1.2	9.6
Lnt2	6	55	12.5	62	57	6.4	21	10.8	183	774	43	8.9	1.1	8.3
Lt10	53	73	14.7	70	7	6.5	23	10.8	168	793	39	11.8	1.3	9.0
Lt12	19	69	13.6	58	11	6.3	27	10.3	167	784	49	12.1	1.3	9.2
Lt18	92	74	17.1	65	36	6.2	18	9.2	149	808	43	9.6	1.1	8.5
Lt19	121	64	16.5	57	24	6.3	18	9.3	147	812	41	9.2	1.1	8.7
Lt2	11	65	15.9	49	21	6.2	21	10.8	185	769	46	10.3	1.2	8.7
Lt8	11	53	16.2	57	15	6.5	22	10.6	174	785	41	11.2	1.2	9.2
Snt11	333	75	13.3	134	94	6.4	26	10.3	160	801	39	11.2	1.4	8.0
Snt2	10	58	11.7	56	24	6.4	18	10.4	173	784	43	9.9	1.2	8.4
Snt20	200	65	15.8	104	32	7.0	30	12.4	185	772	43	12.9	1.4	9.0
Snt3	34	60	11.9	48	11	6.8	24	11.4	188	763	49	9.9	1.2	8.5
Snt5	9	75	16.1	108	47	6.7	27	12.3	191	771	38	13.6	1.5	8.8
Snt6	115	73	13.9	125	66	6.5	29	10.4	163	801	36	10.7	1.3	8.1
St11	106	72	16.5	126	33	6.8	37	12.4	192	770	38	13.4	1.6	8.6
St14	27	69	13.1	148	61	6.9	26	12.8	188	770	42	13.5	1.6	8.2
St15	33	54	14.2	149	40	6.9	27	12.7	188	771	41	13.8	1.6	8.7
St16	28	56	14.9	123	16	6.8	33	12.5	189	767	44	13.5	1.6	8.5
St3	89	74	16.4	128	50	6.7	23	12.9	203	763	34	13.5	1.6	8.5
St8	82	69	15.4	126	45	6.6	28	12.5	198	767	35	13.4	1.6	8.5

4.1. Relations entre flux de N_2O et facteurs proximaux

Une ACP a été réalisée (Figure 45) sur l'ensemble des facteurs proximaux analysés (listés dans le Tableau 8 et le Tableau 9), susceptibles d'influencer les émissions de N_2O. Les variables dont les vecteurs sont trop éloignés du cercle des corrélations (sables, température du sol, NH_4^+, pH, WFPS) ont été écartées de l'analyse, par souci de qualité d'interprétation (annexe 5). Seuls les deux premiers plans factoriels sont interprétés (pour plus de précisions, se reporter au

sous-chapitre *Statistiques descriptives* du chapitre 2). L'azote total, le carbone total et les matières organiques particulaires sont des variables fortement corrélées entre elles, au vu de la proximité de leurs vecteurs respectifs (Figure 45). Ces trois variables sont en partie responsables de la variation du premier plan factoriel, au même titre que les argiles, la CEC et les nitrates, si l'on observe leurs coordonnées proches de 1 sur la première dimension (Tableau 10).

Les émissions de N_2O mesurées sur le terrain sont largement responsables de la variation du deuxième plan factoriel, le vecteur du N_2O étant situé proche du deuxième axe avec une coordonnée positive proche de 1. Mis à part les émissions de N_2O, aucune autre variable environnementale n'est fortement impliquée dans la variation de l'axe 2. La teneur en nitrates est la variable la plus corrélée aux émissions de N_2O en raison de la proximité de leurs vecteurs respectifs.

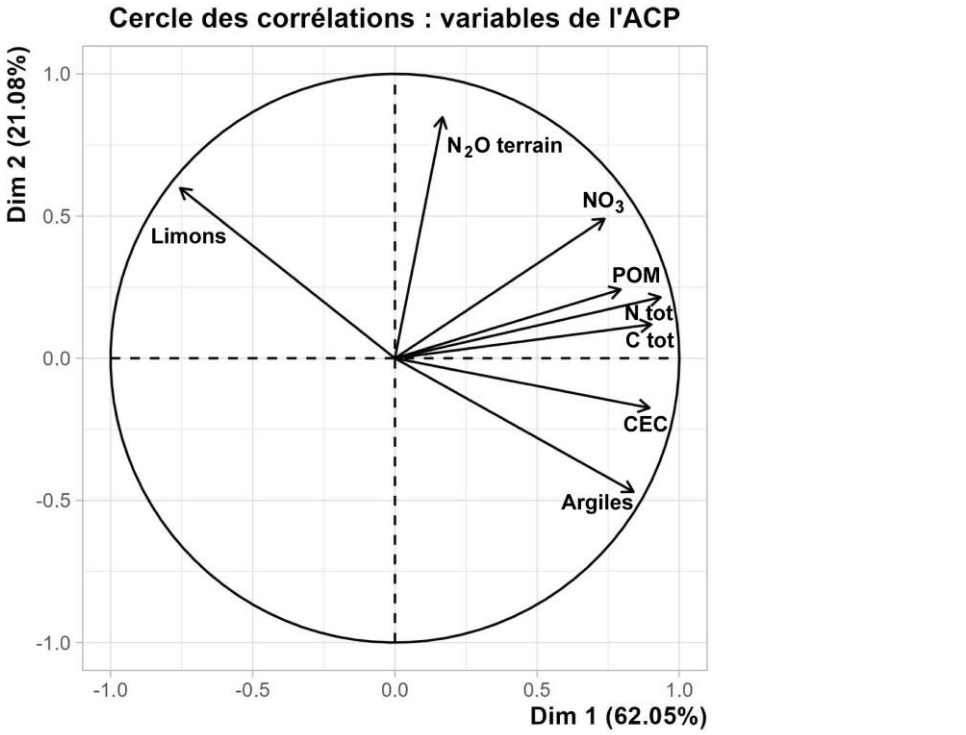


Figure 45 : ACP : projection des variables des facteurs proximaux les plus pertinents sur le cercle des corrélations (les deux premiers plans factoriels sont analysés).

Tableau 10 : Coordonnées des variables actives sur les deux premiers plans factoriels de l'ACP, valeurs propres et pourcentage de la variance totale.

Paramètre	Dimension 1	Dimension 2
N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	0.17	0.85
NO3- (mg N/kg)	0.74	0.49
POM (g/kg)	0.79	0.24
CEC (cmol+/kg)	0.90	-0.17
Argile (0-0.002 mm, g/kg)	0.84	-0.47
Limon (0.002-0.05 mm, g/kg)	-0.76	0.60
Carbone total (g/kg)	0.90	0.12
Azote total (g/kg)	0.93	0.21
Eigenvalue	4.96	1.69
Pourcentage variance totale (%)	62.05	21.08
Pourcentage cumulé variance totale (%)	62.05	83.13

Afin de caractériser la force des relations entre les facteurs proximaux analysés, une matrice de corrélation de Spearman a été réalisée (Figure 46). Il apparaît que les émissions de N_2O mesurées à la parcelle sont faiblement liées aux facteurs proximaux étudiés, ce qui est cohérent avec l'ACP. De faibles corrélations positives sont observées entre les flux de N_2O et le WFPS (Rho de Spearman de 0.43), la température du sol (0.38), la teneur en matières organiques particulaires (0.3) et les nitrates (0.44). À l'inverse, les émissions de N_2O sont anticorrélées à la teneur en sables (-0.48).

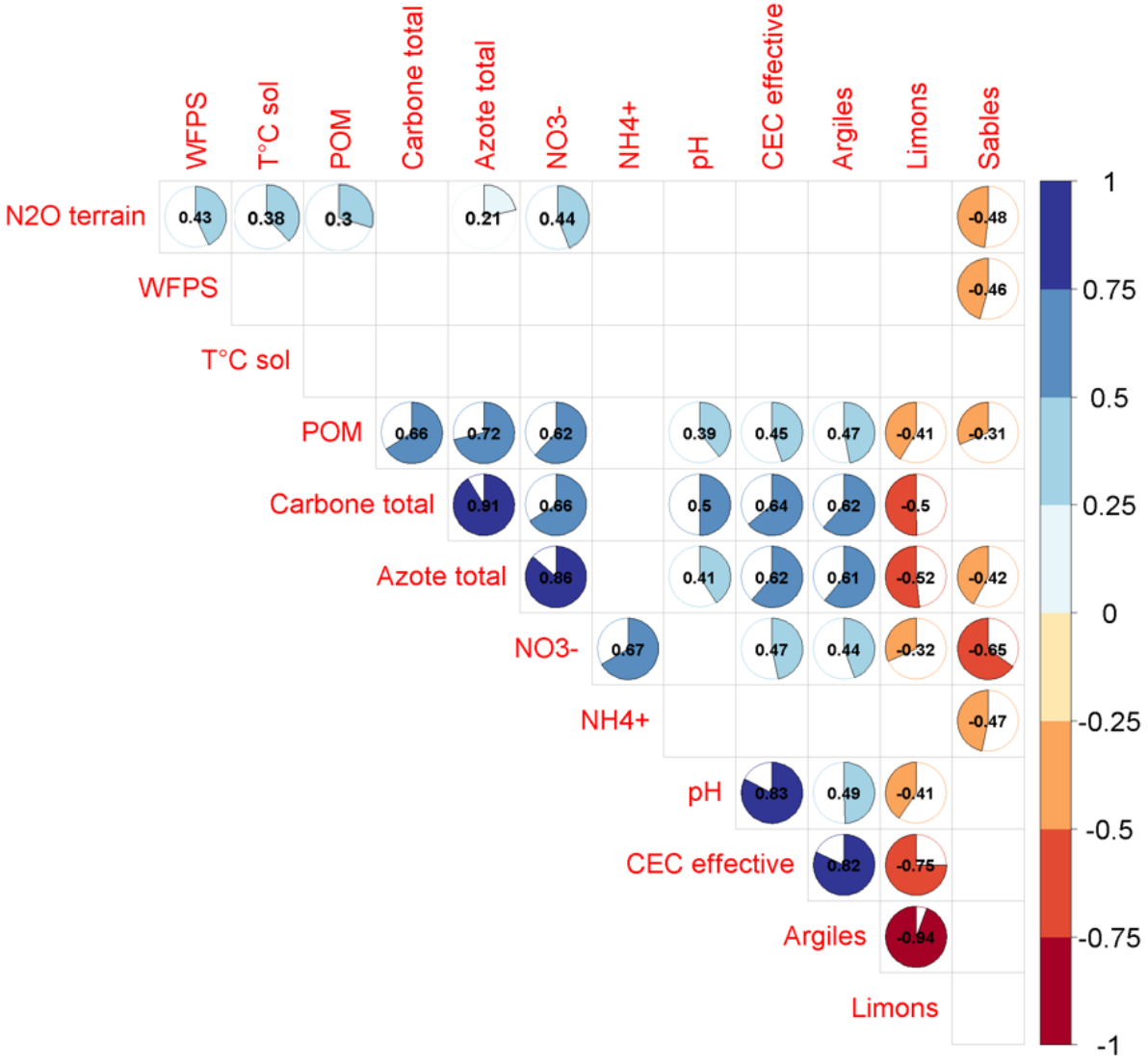


Figure 46 : Matrice de corrélation de Spearman décrivant les relations entre les facteurs proximaux présentés dans le Tableau 8 et le Tableau 9 (n = 24). Seules les relations significatives sont représentées.

4.2. Pour les facteurs proximaux les plus pertinents, comparaison entre les placettes de sol à émissions faibles & fortes

Une comparaison statistique a été réalisée entre les facteurs proximaux des placettes à émissions faibles (n = 15) et ceux des placettes à émissions fortes (n = 9). Seuls les facteurs les plus corrélés aux flux de N_2O sont présentés en Figure 47 (WFPS, température du sol et concentration en nitrates). Les facteurs les moins corrélés aux flux de N_2O sont disponibles en annexe 9. Concernant le WFPS et la température du sol, une différence statistique significative

est observée entre les échantillons *placettes à émissions faibles* et *placettes à émissions fortes*. Il n'y a pas de différence significative concernant les nitrates, (p-value = 0.08). Les valeurs de WFPS, de température du sol et de concentration en nitrates sont plus élevées au sein des placettes à émissions fortes que les placettes à émissions faibles (médiane plus élevée et distribution vers de plus hautes valeurs).

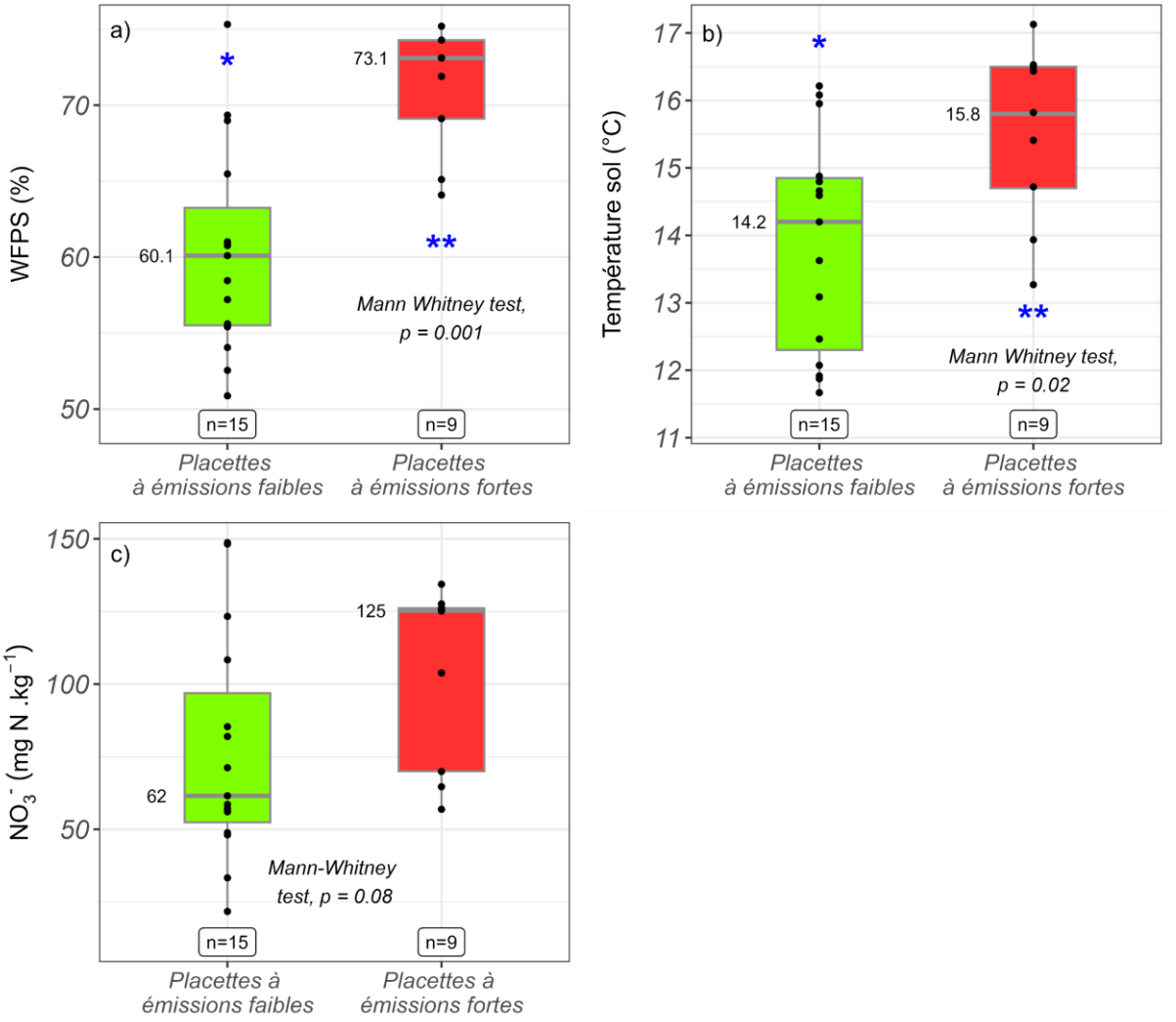


Figure 47 : Comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). (a) WFPS ; (b) température du sol ; (c) concentration en nitrates. Le test de Mann-Whitney a été réalisé, et une différence significative a été détectée entre les deux échantillons pour le WFPS et la température du sol.

4.3. Analyse des relations deux à deux entre les facteurs proximaux et les émissions de N_2O

Les relations deux à deux ont été projetées entre les facteurs proximaux les plus pertinents (WFPS, température du sol et concentration en nitrates) et les flux de N_2O mesurés lors de la campagne de terrain (Figure 48). Les relations deux à deux entre les autres facteurs proximaux analysés et les émissions de N_2O sont disponibles en annexe 10. On observe que toutes les placettes à émissions fortes se situent au-dessus d'une valeur seuil de WFPS de 63 % (Figure 48.a). Il est en revanche plus délicat de déterminer une valeur seuil concernant les relations projetées entre les émissions de N_2O et la température du sol (Figure 48.b : éventuellement

une valeur seuil à 13 °C), ou bien les émissions de N_2O et la concentration en nitrates (Figure 48.c, éventuellement une valeur à 50 mg $N.kg^{-1}$).

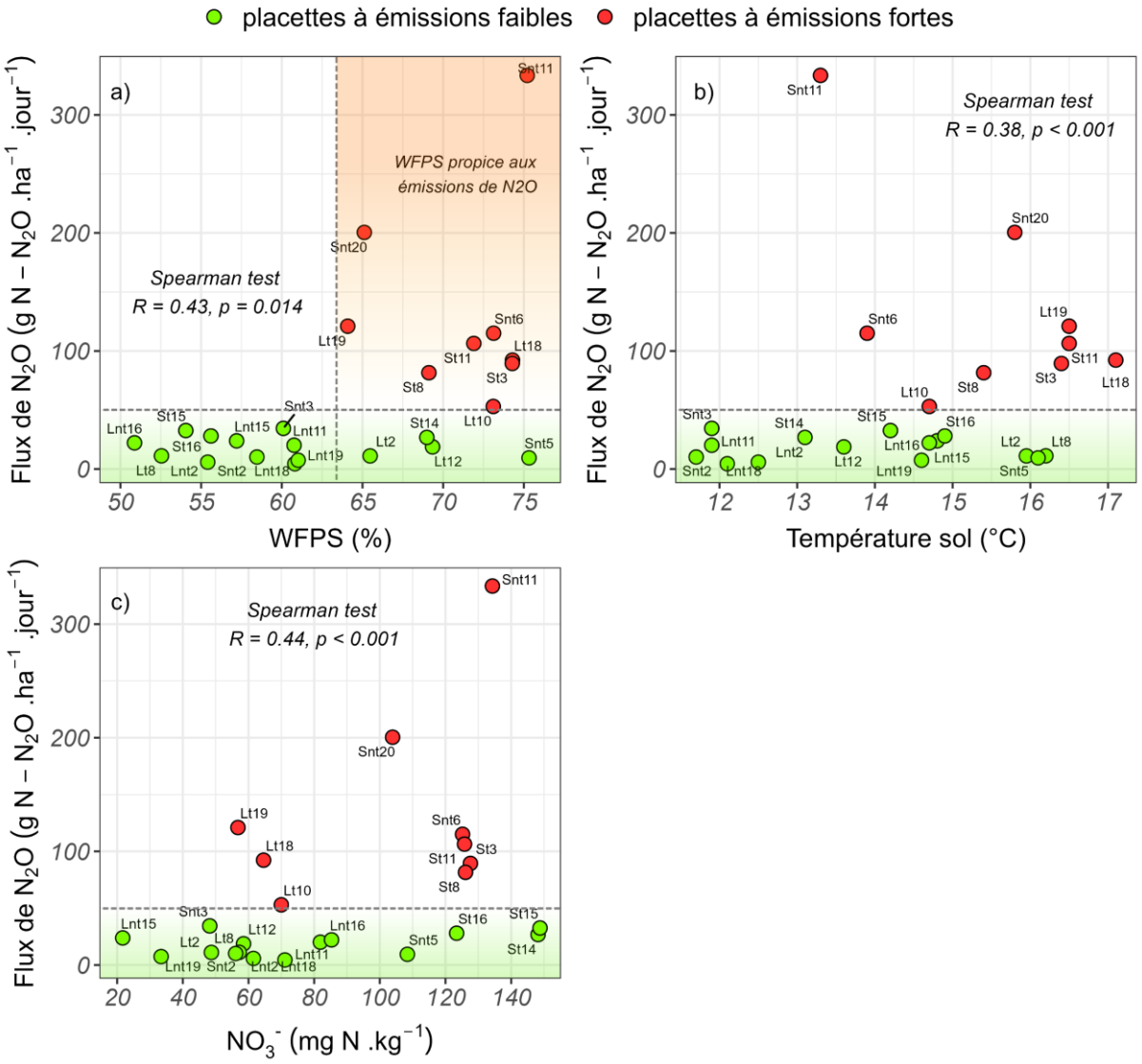


Figure 48 : Nuages de points décrivant en a) le WFPS, en b) la température du sol et en c) la concentration en NO_3^- en fonction des émissions de N_2O mesurées sur le terrain.

4.4. Discussion : certains facteurs proximaux semblent contrôler l'intensité des flux de N_2O au sein des placettes d'intérêt

L'échantillonnage du sol des placettes à émissions de N_2O contrastées, réalisé durant un pic d'émissions printanier sur le secteur d'OS², a permis de mettre en lumière le fait que certains facteurs proximaux semblent contrôler l'intensité des flux de N_2O mesurés. Parmi eux : le WFPS, la température du sol, et la concentration en nitrates. Ce constat est cohérent avec la littérature, car ces trois facteurs sont connus pour fortement influencer le déterminisme des émissions de N_2O.

Les 24 valeurs de WFPS, mesurées sur les placettes d'intérêt, se situent entre 51 % et 75 % (Tableau 8). L'ensemble des placettes à émissions fortes présentent un WFPS supérieur à 63 % (Figure 48.a). Cela est cohérent avec la littérature, car les flux de N_2O les plus forts sont

observés à une valeur de WFPS située entre 60 % et 90 % (Beare et al., 2009; Butterbach-Bahl et al., 2013; Laville et al., 2011; Rabot et al., 2016; Ruser et al., 2006). On remarque que les 6 placettes de sol situées en labour non-tassé présentent un WFPS inférieur à 63 % (Figure 48.a). Cela pourrait en partie expliquer les faibles émissions de N_2O observées sur ces placettes, par rapport aux trois autres modalités de travail du sol (Figure 43).

Concernant la température du sol (mesurée, pour chaque placette, en même temps que le flux de N_2O), les placettes à émissions fortes présentent des températures plus élevées que les placettes à émissions faibles (Figure 47.b). On peut se demander si les flux de N_2O, déterminés sur les placettes qui émettaient fortement, n'ont pas été mesurés exclusivement durant les après-midi du 18 et 19 mai 2021, soit pendant les heures les plus chaudes de la journée (Figure 19, chapitre 2). Ça n'est cependant pas le cas : en effet, les flux de N_2O ont été mesurés tout au long des journées de mesure pour les placettes à émissions faibles et fortes (heures de mesures présentées en Figure 49). De plus, la sonde de température utilisée est précise à ± 0.1 °C ; les mesures acquises sur le terrain sont donc fiables d'un point de vue métrologique. D'une part, cela signifie que l'échantillonnage aléatoire des flux de N_2O, sur le maillage systématique et sur les traces de passage d'engins, a été correctement réalisé. D'autre part, la température du sol semble par conséquent contrôler en partie l'intensité des émissions de N_2O, bien que la différence entre les températures médianes soit faible.

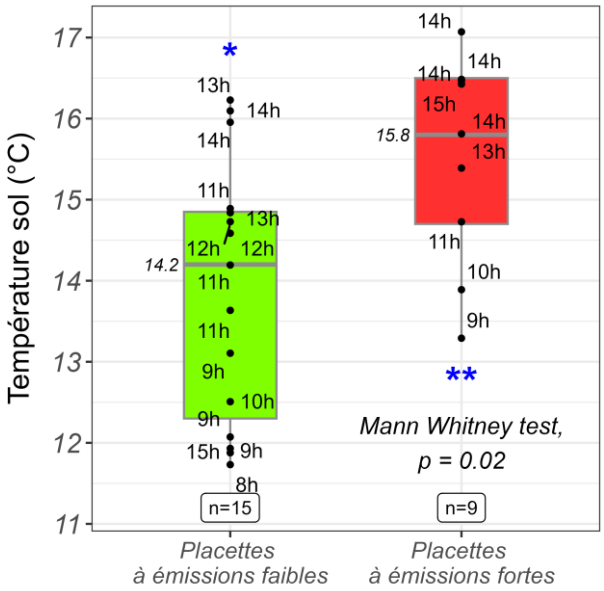


Figure 49 : Valeurs de température du sol mesurées sur chacune des placettes d'intérêt : les heures de mesure sont affichées à côté de chaque point de mesure.

Concernant les nitrates, les placettes à émissions fortes présentent des concentrations en NO_3^- plus élevées que les placettes à émissions faibles (Figure 47.c), bien qu'il n'y ait pas de significativité avec une p-value de 0.08 (contrairement aux comparaisons entre échantillons pour le WFPS et la température du sol, Figure 47.a & Figure 47.b).

Les concentrations en nitrates mesurées à la parcelle sont élevées. À titre de comparaison, Grossel et al. (2014) ont mesuré des concentrations en NO_3^- inférieures à 35 mg $N.kg^{-1}$ de sol, quatre jours après un apport d'ammonitrate d'une dose de 100 kg $N.ha^{-1}$. La valeur médiane

de concentration en nitrates de notre jeu de données est de 77 mg $N.kg^{-1}$ (valeur maximum de 148 mg $N.kg^{-1}$, Tableau 7), sachant que le prélèvement des sols sur le terrain pour analyse de la concentration en azote a été effectué 15 jours après la fertilisation de la parcelle.

Concernant la texture du sol de la parcelle étudiée, cette dernière est assez homogène, majoritairement représentée par des limons et des argiles (Tableau 8 & Tableau 9). Le sable ne représente que 4.3 % de la fraction granulométrique médiane totale, sa teneur est donc faible. Or, l'anticorrélation de Spearman déterminée entre les flux de N_2O et la teneur en sables est plutôt élevée (Rho de -48 %, Figure 46). Cependant, le sable ne sera pas pris en compte dans l'analyse, par risque de surinterprétation. En effet, il n'y a probablement pas de lien de causalité entre les émissions de N_2O observées et la teneur en sable.

En termes de processus :

- Il est cohérent que les placettes à émissions fortes présentent des WFPS, températures du sol et concentrations en nitrates plus élevés que les placettes à émissions faibles. En effet un sol dont le WPFS est situé au-dessus de 60 % indique une teneur en eau élevée, susceptible d'isoler une partie du réseau poreux libre à l'air de l'atmosphère. L'oxygène se diffusant très lentement dans l'eau et étant très peu soluble (Calvet, 2003b), ce dernier sera potentiellement consommé par la respiration aérobie dans les pores isolés, ce qui diminuera fortement sa pression partielle. Une activité dénitrifiante sera alors favorisée (Linn & Doran, 1984).
- Une température plus élevée au sein des placettes à émissions fortes pourrait avoir stimulé la respiration aérobie, donc accéléré la consommation en oxygène dans les pores isolés et *in fine* favorisé l'expansion des microsites anoxiques (Smith et al., 2003), favorisant la dénitrification.
- Une concentration en nitrates plus élevée dans les placettes à émissions fortes aura pour effet de favoriser également l'activité des communautés de microorganismes dénitrifiants. En effet, la réduction des nitrates par respiration anaérobie constitue la première étape de la dénitrification (Knowles, 1982; Zumft, 1997), le NO_3^- étant le premier accepteur d'électrons alternatif à l'oxygène. De plus, une teneur en eau plus élevée dans les placettes à émissions fortes pourrait être susceptible de faciliter la migration les nitrates jusqu'aux microsites anaérobies, en raison de la forte solubilité du NO_3^- (H. Wang et al., 2015).

D'après les analyses effectuées, il n'y a pas de relation entre le carbone total, les POM et les émissions de N_2O mesurées sur le terrain. Or, la dénitrification est également dépendante de la concentration en carbone organique (Beauchamp, 1997), en plus d'une faible pression partielle en oxygène et d'une concentration suffisante en nitrates (Robertson & Groffman, 2015; Ryden, 1983). En effet lors de la respiration par les microorganismes dénitrifiants, du carbone organique dissous (DOC) peut être minéralisé : les électrons sont transférés du DOC vers les oxydants azotés, accepteurs d'électrons (Li, 2007). Pour que la dénitrification puisse avoir lieu, il est nécessaire que le sol présente une valeur de concentration minimum de 40 mg $C.kg^{-1}$ de DOC (Rousset et al., 2020). La présence de DOC contrôle en effet directement la production de N_2O (Guo et al., 2020). Le DOC aurait par conséquent été un facteur proximal

pertinent à mesurer lors de la campagne de terrain. Cependant, le dosage du DOC aurait nécessité l'installation de bougies poreuses, opération qui n'a pas été réalisée pendant la campagne de terrain pour des raisons logistiques (manque de temps et de matériel). Toutefois, le dosage du DOC pourrait être envisagé pour de futures études, afin de préciser le déterminisme des émissions de N_2O.

Pour résumer, les placettes à émissions fortes sont caractérisées par un WFPS, une température du sol et une concentration en nitrates plus élevés que les placettes à émissions faibles. Ce constat est cohérent avec la littérature. Pour aller plus loin dans la compréhension du déterminisme des émissions de N_2O, la relation entre les émissions de N_2O et les facteurs liés à la structure du sol (indicateurs structuraux et paramètres de transfert gazeux), caractérisée à deux échelles au sein des 24 placettes d'intérêt, est étudiée dans le chapitre 5.

5. Comparaison entre les flux de N_2O mesurés sur le terrain et en laboratoire

Le Tableau 11 et le Tableau 12 résument l'ensemble des mesures de flux de N_2O. Ces flux ont été mesurés lors de la campagne de terrain (n = 24), et sur les cylindres de sol prélevés au sein des 24 placettes d'intérêt lors de l'expérimentation à la plateforme PIXANIM, 24h après apport d'eau fertilisée.

Il est important de rappeler que les conditions de mesure des flux ne sont pas les mêmes à la parcelle et en laboratoire : la surface de mesure du N_2O sur le terrain était de 552 cm² (soit l'emprise au sol de la fast-box), et seulement de 137 cm² en laboratoire (diamètre interne des cylindres de sol de 13.2 cm). De plus, la fast-box utilisée lors de la mesure des flux de N_2O à la parcelle n'était parfois pas étanche, générant des fuites et ajoutant de l'incertitude. Ça n'est pas le cas pour les accumulations réalisées en laboratoire, qui montraient une excellente linéarité.

Par ailleurs, la variabilité spatiale des émissions de N_2O est d'autant plus forte que la surface de sol investiguée est petite (van den Heuvel et al., 2009). La variabilité spatiale des émissions de N_2O mesurées en laboratoire pourrait par conséquent être plus importante que sur le terrain. En effet, la surface des cylindres de sol utilisés lors de l'expérimentation en laboratoire est plus petite que la surface de la fast-box utilisée sur le terrain.

Tableau 11 : Statistiques descriptives des flux de N_2O obtenus sur les 24 placettes d'intérêt, mesurés respectivement sur le terrain et en laboratoire 24h après apport d'eau fertilisée.

Paramètre (n=24)	Minimum	Médiane	Maximum
Emissions N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	4	27	333
Emissions N2O laboratoire (g N-N2O/ha/jour)	1	39	1115

Tableau 12 : Valeurs brutes des flux de N_2O obtenus sur les 24 placettes d'intérêt, mesurés respectivement sur le terrain et en laboratoire.

Placettes d'intérêt	Flux N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	Flux N2O laboratoire (g N-N2O/ha/jour)
Lnt18	4	1
Lnt2	6	2
Lnt19	7	3
Snt5	9	5
Snt2	10	6
Lt2	11	8
Lt8	11	12
Lt12	19	13
Lnt11	20	17
Lnt16	22	25
Lnt15	24	33
St14	27	34
St16	28	44
St15	33	46
Snt3	34	85
Lt10	53	117
St8	82	135
St3	89	155
Lt18	92	161
St11	106	182
Snt6	115	199
Lt19	121	327
Snt20	200	380
Snt11	333	1115

5.1. Représentations graphiques des flux de N_2O mesurés sur le terrain et en laboratoire

Les flux de N_2O, obtenus sur le terrain et en laboratoire, ont été projetés sous forme de nuages de points (Figure 50), respectivement pour l'ensemble des flux (Figure 50.a), pour les flux mesurés dans les placettes à émissions faibles (Figure 50.b) et pour les flux mesurés dans les placettes à émissions fortes (Figure 50.c). Des tests de Spearman ont été réalisés pour chacune des relations deux à deux. Il n'y a pas de relations fortes entre les flux de N_2O mesurés sur le terrain et au laboratoire, quelle que soit l'intensité des flux (placettes à émissions fortes ou faibles).

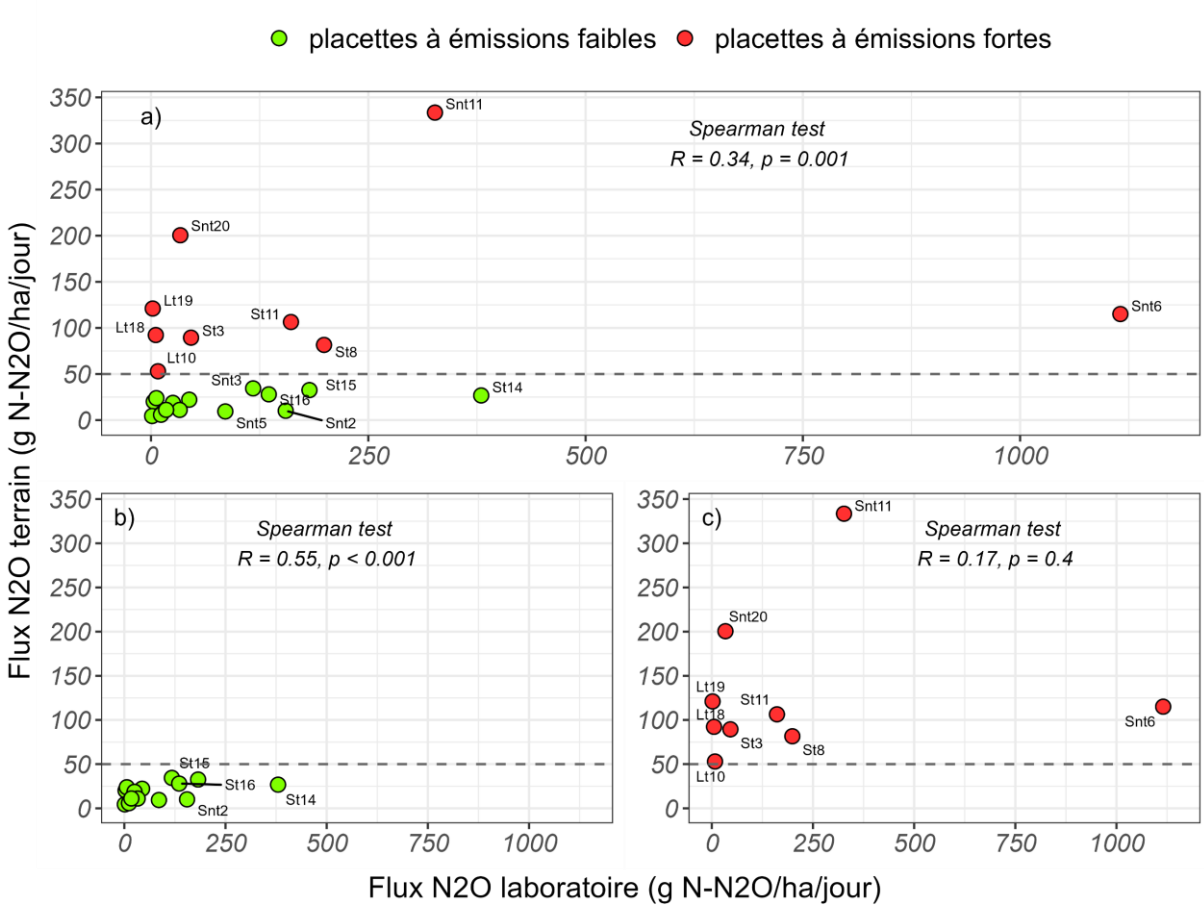


Figure 50 : Nuages de points des flux de N_2O mesurés respectivement durant la campagne de terrain sur les 24 placettes d'intérêt, et au laboratoire sur les cylindres de sol prélevés au sein des placettes d'intérêt, 24h après apport d'eau fertilisée. La stratification *placettes à émissions faibles* et *placettes à émissions fortes* ne s'applique que pour les flux de N_2O mesurés sur le terrain (axe des ordonnés).

Les émissions de N_2O, mesurées sur le terrain et en laboratoire, ont été également représentées graphiquement sous la forme d'histogrammes (Figure 51). Pour certaines placettes, on remarque d'une part que les flux de N_2O mesurés durant la campagne de terrain ne ressemblent pas aux flux de N_2O mesurés en laboratoire (un exemple extrême est la placette Snt6). D'autre part concernant les émissions mesurées en laboratoire (Figure 51.b), les flux de N_2O mesurés sur les cylindres prélevés en zone labourée sont faibles, contrairement aux flux de N_2O mesurés sur les cylindres prélevés en strip till (Figure 51.b).

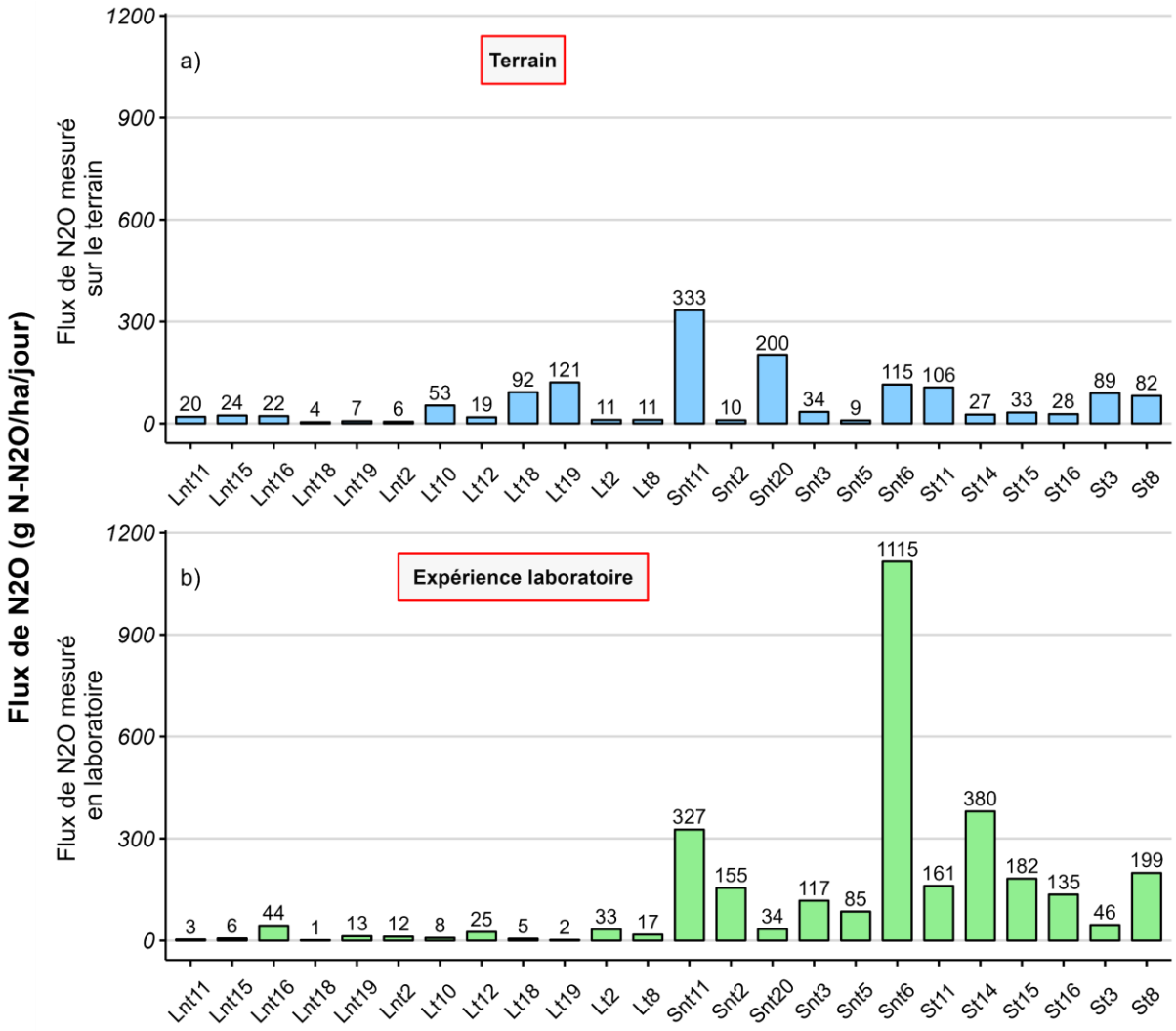


Figure 51 : Histogrammes des flux de N_2O mesurés durant la campagne de terrain sur les 24 placettes d'intérêt (a), et au laboratoire sur les cylindres de sol 24h après apport d'eau fertilisée (b).

Les valeurs de flux de N_2O, mesurés sur le terrain et en laboratoire, ont également été projetées selon la stratification *strip till* et *labour* (Figure 52.a et Figure 52.b), et selon les quatre modalités de travail du sol (*strip till tassé, strip till non-tassé, labour tassé, labour non-tassé*, Figure 52.c et Figure 52.d).

On remarque que la stratification selon la pratique agricole (*strip till* vs. *labour*) est conservée entre les mesures de terrain et les mesures en laboratoire : les cylindres de sol prélevés dans les placettes en zone labourée émettent beaucoup moins de N_2O que les cylindres de sol prélevés en strip till. La tendance est même largement exacerbée sur les flux mesurés en laboratoire, car la différence statistique entre les deux échantillons est fortement significative (Figure 52.b). Si l'on considère à la fois les pratiques agricoles et le degré de tassement, soit les quatre modalités de travail du sol (Figure 52.c et d), on remarque également que les émissions de N_2O se ressemblent entre les flux mesurés sur le terrain et en laboratoire. Seuls les flux de N_2O mesurés en laboratoire dans la modalité *labour tassé* (Figure 52.d) sont plus faibles, et ne ressemblent pas à la situation rencontrée sur le terrain.

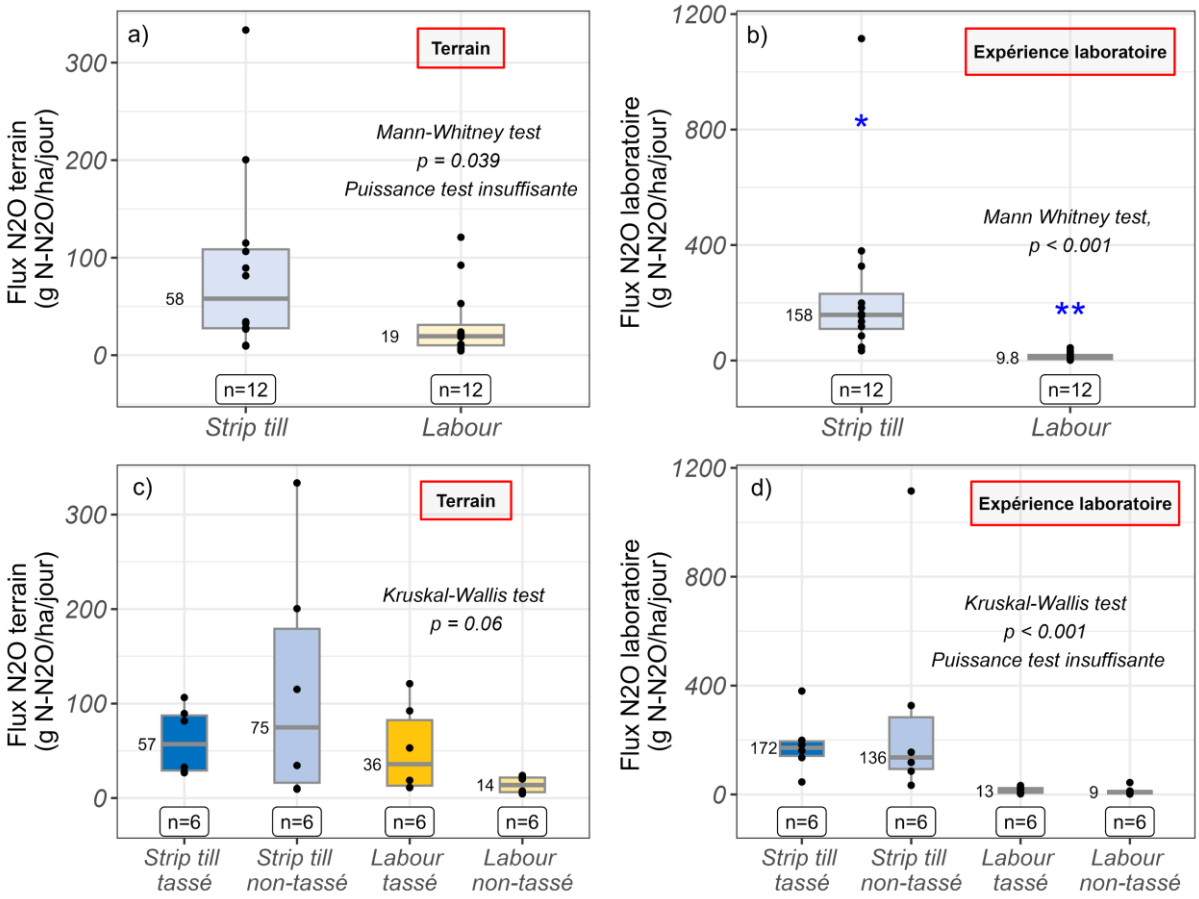


Figure 52 : Boxplots des flux de N_2O mesurés sur les 24 placettes d'intérêt lors de la campagne de terrain (a, c), et en laboratoire 24h après apport d'eau fertilisée (b, d). Les boxplots a) et b) présentent la stratification selon la pratique agricole (*strip till* et *labour*). Les boxplots c) et d) présentent la stratification selon la pratique agricole et le degré de tassement (*strip till tassé*, *strip till non-tassé*, *labour tassé*, *labour non-tassé*).

5.2. Discussion : à l'échelle individuelle, pas de ressemblance entre les flux de N_2O mesurés à la parcelle et en laboratoire, mais la stratification par pratique agricole semble conservée

Pour de nombreuses placettes d'intérêt, les flux de N_2O mesurés lors de la campagne de terrain ne ressemblent pas aux flux mesurés sur les cylindres de sol en laboratoire, 24h après apport d'eau fertilisée (Figure 51). Le contraste est particulièrement marqué pour certaines placettes, comme Snt6 et St14 qui émettent des flux de N_2O bien plus élevés en laboratoire. Lors de la campagne de terrain, de nombreux chaumes de maïs à la surface du sol ont été observés dans la partie de la parcelle cultivée en strip till. Il se pourrait que les cylindres Snt6 et St14 contiennent une grande quantité de ces résidus de culture. Une fois imbibés d'eau fertilisée, ces matières organiques particulaires pourraient émettre une grande quantité de N_2O en agissant en tant que hotspot. Il a en effet été montré que les matières organiques particulaires peuvent agir comme de puissantes sources de N_2O (Janz et al., 2022; Kim et al., 2020; Parkin, 1987). Cette hypothèse est étudiée dans le chapitre 5.

Bien que pour certains cylindres, les flux de N_2O ne correspondent pas entre la situation de terrain et de laboratoire, la stratification des flux de N_2O en fonction des pratiques agricoles (émissions plus fortes en strip till qu'en labour) est conservée entre la phase de terrain et de

laboratoire (Figure 52.a et Figure 52.b). D'une part, cela signifie que le sous-échantillonnage de la surface des placettes d'intérêt (552 cm²) vers une surface de cylindre de sol (137 cm²) semble *représentatif* de la situation de terrain. D'autre part le fait que les flux de N_2O soient plus forts en strip till qu'en labour, à la fois pendant la campagne de terrain et suite à un séjour de 3 mois en chambre froide après un apport d'eau fertilisée, pourrait être dû à des différences de structure du sol induites par les deux pratiques agricoles.

De nombreux travaux menées en laboratoire ont permis de préciser le rôle de certaines variables dans le déterminisme des émissions de N_2O, comme l'étude de la température (Benoit et al., 2015), de la teneur en eau (Grundmann & Rolston, 1987), de la concentration en azote (Hénault & Germon, 2000), du pH (Y. Wang et al., 2022), etc. L'objectif de l'expérimentation en laboratoire dans le cadre de la thèse était de s'affranchir de certains facteurs influençant fortement la production du N_2O, soit la température du sol, la teneur en eau et la concentration en nitrates. Le fait de rendre ces facteurs non-limitants permet d'étudier spécifiquement l'influence de la structure du sol sur les émissions de N_2O.

Finalement, seule la température du sol est considérée comme homogène dans les cylindres de sol lors de l'expérimentation de laboratoire. L'objectif initial était d'équilibrer les cylindres à des WFPS similaires, supérieurs à 60 %, en se rapprochant toutefois de conditions de terrain. En effet, de l'eau chargée en nitrates a été apportée par le haut afin de mimer une pluie et un écoulement gravitaire, sans toutefois apporter de l'énergie cinétique aux gouttes d'eau à la surface du sol pour ne pas risquer le phénomène de battance. Ainsi la dynamique de l'équilibre entre percolation, la redistribution de l'eau dans la matrice du sol et l'évaporation sont proches de la réalité du terrain, à la différence près que les conditions aux limites basses des cylindres sont contrôlées (écoulement gravitaire libre). Cela implique que l'eau emprunte préférentiellement la macroporosité dans un premier temps, puis qu'un écoulement matriciel se mette ensuite en place au sein de la microporosité. Par conséquent si l'écoulement dure peu de temps et que l'eau emprunte des chemins d'écoulements préférentiels, la saturation de la porosité pourrait être hétérogène entre les cylindres.

Le potentiel matriciel n'a pas été monitoré en raison de difficultés techniques (casse de certaines bougies microporeuses lors de l'expérience, voire sous-partie *Expérimentation en laboratoire*, chapitre 2). Nous ne pouvons par conséquent pas être certain que le potentiel matriciel ait été identique pour chacun des cylindres après apport des 600 ml d'eau fertilisée. Il aurait pourtant été intéressant de monitorer le potentiel matriciel. En effet, il n'est pas certain que la teneur en eau soit similaire entre les cylindres de sol après apport d'une même quantité d'eau, du fait de structures du sol différentes induisant probablement des écoulements gravitaires et matriciels plus ou moins rapides. Or, la teneur en eau contrôle le WFPS et le potentiel matriciel, et donc l'intensité des flux de N_2O. En effet, le potentiel matriciel est également un puissant facteur de contrôle des émissions de N_2O (Castellano et al., 2010; van der Weerden et al., 2012).

Au cours de l'expérimentation, seulement 20 % en moyenne des 600 ml d'eau fertilisée au KNO_3 s'est redistribuée[43] dans la matrice du sol contenu dans les cylindres. La quantité d'eau et d'azote redistribués dans le sol de chaque cylindre est connue, mais la répartition spatiale de cette eau fertilisée stockée au sein des cylindres ne l'est pas. Des microsites, colonisés par des microorganismes dénitrifiants, pourraient par conséquent ne pas avoir bénéficié de l'apport massif de nitrates solubles donc d'oxydants azotés, car situés dans un espace poreux resté libre à l'air lors de l'avancée du front d'humectation. Cela aurait pour effet de limiter les émissions de N_2O par dénitrification dans tous les microsites hors d'eau[44] et potentiellement colonisés par les bactéries, champignons et archaeas capables de produire du N_2O. Il n'est par conséquent pas certain que l'azote ne soit plus un facteur limitant. La mesure des émissions de N_2O acquise en laboratoire n'est donc potentiellement pas intégratrice de la totalité de l'activité de dénitrification des hotspots.

La structure des sols contenus dans les cylindres a donc pu influencer la répartition de l'eau chargée en nitrates, ainsi que sa vitesse de circulation jusqu'aux microsites colonisés par des microorganismes dénitrifiants. Cela conditionne la mise en place de la dénitrification et son intensité, et par conséquent la production et les émissions de N_2O qui en résultent. La structure du sol des cylindres scannés 24h après apport d'eau fertilisée est caractérisée quantitativement dans les chapitres 4 et 5, afin d'aller plus loin dans la compréhension du déterminisme des émissions.

6. Synthèse du chapitre 3

Concernant l'analyse de l'intégralité des flux de N_2O mesurés sur le terrain, les émissions semblent nettement contrôlées par la manière de travailler le sol, et son état structural. La modalité *labour non-tassé* se distingue des trois autres, avec des placettes de sol émettant significativement moins de N_2O. Concernant les facteurs environnementaux mesurés dans les 24 placettes d'intérêt, le WFPS, la température du sol et la concentration en nitrates présentent des valeurs plus élevées au sein des hotspots que dans les placettes à émissions faibles. Ces facteurs semblent par conséquent en partie contrôler l'intensité des flux. À propos de l'expérimentation en laboratoire, les flux de N_2O mesurés sur le terrain et en laboratoire ne se ressemblent pas, pour la plupart des placettes. Cependant, la stratification selon le strip till et le labour semble conservée entre la campagne de terrain et la phase de laboratoire.

Le chapitre suivant a pour but de caractériser finement la structure du sol non-perturbée échantillonnée au sein des 24 placettes d'intérêt, afin de mettre en lumière d'éventuelles différences de structure, à plusieurs échelles, entre les quatre modalités de travail du sol étudiées (*strip till tassé, strip till non-tassé, labour tassé, labour non-tassé*).

[43] Minimum : Lt12, avec 59 ml d'eau fertilisée sur 600 ml redistribuée dans la matrice du sol, soit 10 %. Maximum : St14, avec 156 ml d'eau fertilisée redistribuée, soit 26 %.

[44] A défaut d'avoir bénéficié d'un apport massif d'oxydants azotés, les pores du sol des cylindres restés libres à l'air sont tout de même favorables à la dénitrification en termes de potentiel d'oxydo-réduction, car déconnectés de l'atmosphère et par conséquent d'un apport éventuel en oxygène.

Chapitre 4 : structure & propriétés fonctionnelles des sols étudiés

1. Objectifs

Le chapitre précédent avait pour but d'étudier les flux de N_2O observés sur le terrain et en laboratoire, en lien avec des facteurs proximaux bien identifiés dans la littérature comme ayant une influence forte sur les émissions. Afin de décorréler l'influence de la structure du sol de celles des autres facteurs proximaux sur les émissions de N_2O, la structure du sol elle-même a été étudiée à plusieurs échelles.

Ce chapitre est dédié à la caractérisation de la structure du sol non-perturbée rencontrée sur la zone d'étude. L'objectif est de déterminer si des différences de structure du sol sont observées entre les quatre modalités de travail du sol étudiées, lors de la campagne de terrain et lors de l'expérimentation en laboratoire (24h après apport d'eau fertilisée sur les cylindres de sol).

La structure a été étudiée à deux échelles : la mésostructure et la macrostructure, à partir d'images 3D d'échantillons de sol obtenues par tomographie X à deux résolutions différentes (15 µm et 290 µm). Des indicateurs structuraux ont été calculés à partir des images 3D obtenues aux deux échelles d'étude. En parallèle, des paramètres de transfert gazeux (perméabilité à l'air et diffusivité relative des gaz) ont été mesurés, décrivant indirectement la structure du sol en tant que proxys.

2. Méthodes d'acquisition des indicateurs structuraux et des paramètres de transfert gazeux

2.1. Objets d'étude

Afin d'atteindre les objectifs fixés, trois types de cylindres de sol ont été analysés (traçabilité des échantillons synthétisée dans le Tableau 13) :

- Dans le but de caractériser la **mésostructure** (30-75 µm), 24 cylindres de sol non perturbé de 32 cm^3 ont été prélevés sur le terrain et scannés par tomographie X à l'ISTO (Institut des Sciences de la Terre d'Orléans, 45), en collaboration avec M. Laurent Arbaret.
- Afin de caractériser la **macrostructure** (> 75 µm), 24 cylindres de sol non perturbé de 958 cm^3 ont été prélevés sur le terrain et scannés par tomographie à rayon X à la plateforme PIXANIM (Phénotypage par Imagerie *in* et *ex vivo* de l'Animal à la Molécule), implantée sur le centre INRAE Val de Loire de Nouzilly (37), en collaboration avec M. François Lecompte et M. Fréderic Elleboudt.
- Afin de caractériser les **paramètres de transfert gazeux**, 24 cylindres de sol non perturbé de 261 cm^3 ont été prélevés et analysés au laboratoire Agroscope (Zürich, Suisse), en collaboration avec Mme Marlies Sommer, M. Thomas Keller et M. Johannes Koestel.

Tableau 13 : Caractéristiques des différents cylindres de sol, prélevés sur les placettes d'intérêt et utilisés afin d'étudier la structure du sol.

	Date, lieu & profondeur prélèvement cylindre sol	**Nombre Cylindre sol**	**Dimension cylindre sol**	**Durée & modalité de conditionnement**	**Date acquisition**	**Lieu analyse**	**Nombre images 3D obtenues**	**Durée traitement images**
Scan structure du sol par tomographie X *(Résolution ≈ 15 µm)*	19 & 20 mai 2021, Site OS[2], Prélèvement = 0-7 cm du sol	24	Diamètre interne *= 24 mm*, hauteur *= 70 mm*	Conditionnement : cylindres de sol stockés dans le sens du prélèvement, emballés avec plaquettes en PVC maintenues aux extrémités avec du scotch, en chambre froide à 4 °C Durée de stockage : ≈ entre 15 et 17 mois	D'août à octobre 2022	Plateforme d'imagerie de l'ISTO, Orléans (45)	Une image 3D par cylindre de sol, soit **24** images, sur la partie supérieure du cylindre (soit 35 mm de hauteur)	Novembre 2022 - décembre 2023
Scan structure du sol par tomographie X *(Résolution ≈ 290 µm)*	19 & 20 mai 2021, Site OS[2], Prélèvement = 0-7 cm du sol	24	Diamètre interne *= 132 mm*, hauteur *= 70 mm*	Conditionnement : cylindres de sol stockés dans le sens du prélèvement, dans sachets plastique étanches, en chambre froide à 4 °C Durée de stockage : ≈ 2 ½ mois	-Du 5 au 9 juillet 2021 -Du 2 au 12 août 2021	Plateforme d'imagerie PIXANIM, centre INRAE, Nouzilly (37)	Deux images 3D par cylindre de sol (une acquisition à la teneur en eau du sol lors du prélèvement durant la campagne de terrain, et une acquisition 24h après apport d'eau fertilisée), soit **48** images	Janvier 2021 - décembre 2022
Perméabilité à l'air (μm^2) **Diffusivité relative** (sans unité) **Masse volumique** ($g.cm^{-3}$) *(Paramètres obtenus sur mêmes cylindres de sol)*	19 & 20 mai 2021, Site OS[2], Prélèvement = 0-7 cm du sol	24	Diamètre interne *= 71.5 mm*, hauteur *= 65 mm*	Conditionnement : cylindres de sol stockés dans le sens du prélèvement, dans sachets plastique étanches, en chambre froide à 4 °C Durée de stockage : ≈ 15 mois	Du 7 au 21 septembre 2022	Laboratoire Agroscope, Zürich, Suisse	/	/

2.2. Imagerie 3D

2.2.1. Principe de l'imagerie 3D par tomographie à rayons X : application à la science du sol

La tomographie à rayons X permet d'investiguer la structure d'objets en 3 dimensions de manière non-invasive. Le principe physique repose sur l'émission d'un rayonnement électromagnétique constitué de photons, qui seront plus ou moins absorbés par la matière scannée (Pires et al., 2010; Robb, 1982). En général, un tomographe à rayons X (*CT scan* en anglais) est composé de trois parties : une source de rayons X, une table où les échantillons de nature diverse (dont les sols) sont posés pour être scannés, et un détecteur de rayons X (Helliwell et al., 2013).

Lors de la traversée d'un objet (par exemple un échantillon de sol) par le faisceau de rayons X, l'absorption des rayons X (nommée l'atténuation) par la matière dépend d'une part de l'énergie du faisceau, et d'autre part de la densité physique de la matière scannée, donc de sa composition atomique (Helliwell et al., 2013). À titre d'exemple, des rayons X rencontrant un atome d'hydrogène ou d'oxygène seront peu absorbés (numéros atomiques respectifs de 1 et 8), tandis qu'un atome de fer ou de baryum absorberont plus fortement le rayonnement X (numéros atomiques respectifs de 26 et 56) (Jackson & Hawkes, 1981). L'atténuation du rayonnement électromagnétique est ensuite quantifiée (Helliwell et al., 2013; Robb, 1982).

Une fois le scan réalisé, les données radiographiques sont inversées en une série de coupes sériées concaténées et reconstruites en une seule image 3D, au moyen d'un logiciel spécifique (comme par exemple le logiciel Phoenix datos|x®, utilisé dans l'étude de Jarvis et al. en 2017, ou bien le logiciel NRecon® dans l'étude de Smet et al, 2023). Dès lors, l'image 3D sera constituée d'unités volumiques appelées « voxel » (*Volume element*) et non pixel (*Picture element*), intégrant également une dimension de profondeur. La taille d'un voxel indiquera la résolution spatiale de l'image 3D (Helliwell et al., 2013). Les images 3D obtenues traduiront ainsi la structure interne du sol, grâce au contraste d'absorption des rayons X généré par les différentes compositions atomiques rencontrées dans la matrice du sol. En général, un facteur 500 à 2000 existe entre la résolution (soit la taille d'un voxel de l'image 3D obtenue par CT-scan) et la taille de l'échantillon de sol scanné (Rabot et al., 2018).

Suivant les coefficients d'atténuation des éléments constitutifs de la matrice de sol traversée par les X, les voxels des images 3D obtenues prendront différentes valeurs de niveaux de gris, mesurées en unités Hounsfield (noté HU) (Crestana et al., 1984; Hopmans et al., 1994). Par convention, l'eau possède une valeur de 0 HU, et les atténuations mesurées au sein de l'échantillon sont normalisées par rapport à l'atténuation de l'eau (Hopmans et al., 1994). L'air prendra une valeur de -1000 HU, car l'absorption y est négligeable (Hopmans et al., 1994; Mooney et al., 2012; Pires et al., 2010). La matrice de sol, constituée d'un mélange organo-minéral, peut prendre des valeurs très variables selon sa composition, de quelques dizaines à quelques centaines voire milliers d'HU. Par exemple dans l'étude de Sammartino et al. (2015), les auteurs situent le pic de la matrice de sol autours de valeurs situées entre 1000 HU et

1300 HU. Enfin, les éléments les plus denses du sol (cailloux, oxydes, etc.) induiront une atténuation forte du faisceau de rayons X, soit des niveaux de gris dont la valeur peut s'élever à plusieurs milliers d'HU.

2.2.2. Matériel utilisé pour l'acquisition des images 3D

Le Tableau 14 résume les détails techniques de l'acquisition des images 3D des sols, grâce aux tomographes à rayons X utilisés à l'ISTO et à la plateforme PIXANIM (Figure 53). Le choix de ces plateformes a été conditionné par leur capacité à produire des images 3D aux deux échelles d'intérêt, leur accessibilité et leur proximité géographique. Les limites techniques de puissance d'investigation des appareils ont déterminé la résolution des images 3D de sol obtenues, de même que les dimensions des cylindres de sol scannés. Ainsi, une résolution d'image de 15 µm a été obtenue à l'ISTO, et une résolution de 290 µm a été obtenue à la plateforme PIXANIM.

Pour obtenir une résolution de 15 µm, les cylindres de sol de l'ISTO ont été scannés seulement jusqu'à leur moitié, c'est-à-dire sur environ 35 mm de hauteur. Les 24 images 3D obtenues caractérisent par conséquent les 35 premiers mm du sol.



Figure 53 : À gauche, tomographe à rayons X utilisé à l'ISTO ; à droite, tomographe X utilisé à la plateforme PIXANIM.

Tableau 14 : Caractéristiques techniques des outils de tomographie X à l'ISTO et à la plateforme PIXANIM.

	ISTO	PIXANIM
Marque & appellation commerciale de l'appareil	Waygate Technologies *Phoenix Nanotom S*	Siemens *Somatom Definition AS*
Ampérage (A)	35 à 45 µA	400 mA
Voltage (kV)	120	140
Temps d'acquisition par échantillon	≈ 3h30	≈ 75 s
Champ spatial d'investigation du faisceau de rayons X (mm)	30 (diamètre) × 35 (hauteur)	140 (diamètre) × 70 (hauteur)
Taille d'un voxel (µm)	15 × 15 × 15	≈ 291 × 291 × 100
Résolution image 3D (µm)	15	≈ 291

Deux familles d'images 3D de cylindres de sol ont été acquises à la plateforme PIXANIM. La première famille d'images 3D (24 images) a pour objectif d'étudier la macrostructure du sol, telle qu'observée lors de l'échantillonnage de l'horizon superficiel au cours de la campagne de terrain. La deuxième famille d'images 3D a également vocation d'étudier la macrostructure du sol. Elle est constituée de 24 images 3D des mêmes cylindres de sol, scannés 24h après un apport de 600 ml d'eau fertilisée au KNO_3 (sous-partie *Expérimentation en laboratoire*, chapitre 2).

Il est à noter que les 24 cylindres de sol de 32 cm^3, destinés à être scannés à l'ISTO afin d'accéder à la mésostructure, ont été conditionnés durant 15 à 17 mois en chambre froide avant la phase d'imagerie. Ces derniers étaient bien emballés, l'assemblage comprenant deux plaquettes PVC fermant les extrémités des cylindres avec du scotch. L'emballage était toutefois non-étanche, et il se peut que le sol des cylindres ait subi une dessication, sans que cela ait été quantifié.

2.2.3. Traitement des images 3D obtenues par tomographie X

Dans un souci de reproductibilité, les opérations de traitement d'images 3D ont été réalisées grâce à des scripts écrits sur la console du logiciel FIJI (Schindelin et al., 2012), et sous linux en utilisant la librairie QuantIm développée par M. H. J. Vogel (outil disponible au lien www.quantim.ufz.de), afin de calculer les fonctions de Minkowski (Vogel et al., 2010).

Les images 3D obtenues à l'ISTO et à la plateforme PIXANIM ont été traitées selon une procédure en 5 étapes, présentée en Figure 54. Ce phasage est inspiré des travaux d'Ortega-Ramírez et al. (2023), et permet de calculer les indicateurs structuraux aux deux échelles d'étude considérées.

Procédure de traitement pour une image 3D (plateforme PIXANIM & ISTO)

1. Préparation images 3D

- Création d'une ROI circulaire (« *Region Of Interest* », soit le volume d'intérêt de l'objet dans lequel les calculs sont réalisés) ne prenant en compte que la carotte de sol, et non le cylindre PVC.
- Suppression des coupes sériées aux extrémités de la carotte de sol (zones où le sol est inégalement réparti sur l'image, dû à l'échantillonnage).
- Isotropie de l'image (réalisée sur les images 3D PIXANIM seulement : les images 3D brutes de l'ISTO étant déjà isotropes, c'est-à-dire présentant des voxels cubiques).
- Concaténation des coupes sériées en une seule image (format *.tif*, en 16 bits).

↓

2. Débruitage

- Application d'un filtre *Non local means* (filtre avec auto-estimation du sigma (*sigma = 15, smoothing factor = 1*), calculé grâce au plugin Biomedgroup, décrit dans Buades et al., 2011).
- Application d'un filtre *Unsharp mask* (*radius = 1*).
- Application d'un filtre *Median 3D* (*radius x = y = z = 2 voxels)*.
- Suppression (« *cropping* ») de la partie des images situées au-delà de la ROI pour pallier à l'effet de bord, avec la fonction « *clear outside* » de FIJI.
- Conversion de l'image 3D en 8 bits.

↓

3. Segmentation

- Calcul des seuils grâce à l'algorithme d'Otsu (Otsu, 1979), réalisé grâce au plugin « *Multi_OtsuThreshold.java* » (Liao et al., 2001). Définition de 5 phases : air, matières organiques particulaires (POM), matrice de sol « lâche », matrice de sol « dense », cailloux.
- Après calcul des seuils, vérification visuelle du seuil de détection de la matière organique particulaire. Au besoin, redéfinition manuelle d'un nouveau seuil de détection de la matière organique, initialement défini par l'algorithme d'Otsu, jugé satisfaisant par l'opérateur. Ce processus d'investigation manuelle de l'échelle des niveaux de gris correspondant aux POM est particulièrement important avant le seuillage, pour une identification précise des matières organiques (Kravchenko et al., 2014, 2018).
- Segmentation : attribution, pour chaque voxel, d'une classe de niveau de gris correspondant aux seuils choisis, grâce à la fonction « *changeValues* » de FIJI.

↓

4. Débruitage post-segmentation

- Application d'un filtre majoritaire (*Majority filter*), pour un noyau cubique de 2 × 2 × 2 voxels, grâce à la librairie QuantIm sous Linux (pour les images 3D ISTO seulement).

↓

5. Calcul des indicateurs structuraux

- Calcul du volume de chacune des 5 phases, dont la *porosité à l'air (%)*.
- Calcul de la *distribution de la taille des pores* (volume poreux en mm^3 par classes des diamètres de pores en mm), grâce à la fonction « *Local Thickness (complete process)* ».
- Calcul des fonctions de Minkowski (Vogel et al., 2010) grâce à la librairie QuantIm :
  - Calcul de la *surface spécifique* ($m^2.m^{-3}$)
- Utilisation du plugin MorpholibJ dans FIJI (Legland et al., 2016) :
  - Calcul de la *densité d'Euler* (nombre d'Euler calculé à 26 connexions, normalisé au volume du cylindre en mm^{-3})
  - Calcul de *l'indice Id* $_{POM\ air}$ selon la méthode décrite dans Ortega-Ramírez et al. (2023) (détaillé dans chapitre 5)

Figure 54 : Procédure de traitement des images 3D acquises à l'ISTO et à la plateforme PIXANIM.

2.2.4. Précisions à propos des opérations de débruitage

Le filtre *Non-local means* (« moyenne non-locale ») a été le premier filtre utilisé pour débruiter les images, pour homogénéiser les différentes phases afin d'éviter de détecter celles qui ne seraient pas réellement présentes. Lorsque la valeur de gris d'un voxel est très différente de celles des voxels alentours (le voxel étant dès lors considéré comme bruité), l'application d'un *non-local means filter* permet de remplacer sa valeur de gris par la moyenne des valeurs de gris des voxels similaires. Le filtre recherche ainsi les voxels de l'image entière qui ressemblent fortement au voxel à débruiter, pour calculer une moyenne de tous ces niveaux de gris et l'affecter *in fine* au voxel en question (Buades et al., 2011; Schlüter et al., 2014).

Par la suite, le filtre *Unsharp mask* (« masque de floutage ») a été utilisé pour améliorer le contour des objets, accentuer la netteté de l'image, et ainsi permettre une meilleure différenciation entre les différentes phases caractérisant le sol. En effet, les contours des objets de l'image ne se manifestent pas toujours par une bordure de voxels dont l'intensité des niveaux de gris tranche fortement avec l'extérieur de l'objet, mais plutôt comme un changement d'intensité graduel de niveau de gris qui s'étend sur plusieurs voxels. Le filtre *Unsharp mask* est une méthode permettant d'augmenter localement le gradient d'intensité des niveaux de gris au contour des objets (Schlüter et al., 2014; Sheppard et al., 2004).

Le filtre *3D Median filter* (« filtre médian 3D »), avec un radius de deux voxels, a été appliqué aux images 3D déjà traitées par *Non-local means filter* et *Unsharp mask*. Bien que cela ne fasse pas partie de la méthode de Ortega-Ramírez et al. (2023), la qualité de la segmentation des images nous a semblé meilleure avec l'application d'un filtre médian avant seuillage (vérification visuelle et des histogrammes de niveau de gris). L'application d'un filtre médian permet de supprimer le bruit aléatoire présent sur l'image. Autrement dit, le filtre médian permet de lisser les niveaux de gris dans les régions de l'image où les gradients d'intensité des niveaux de gris sont faibles, mais possiblement assez contrastés (l'artefact étant communément appelé « le grain » de l'image). Le filtre médian possède l'avantage de réaliser une modification minimale du bord des objets. D'autres auteurs font usage du filtre médian lors du débruitage de leurs images avant segmentation (Kravchenko et al., 2018; Sandin et al., 2017; Schlüter et al., 2014).

Il est à noter qu'initialement, la suppression des images situées au-delà de la ROI (*cropping*) était réalisée à la fin de la préparation de l'image (étape 1 de la Figure 54). Après plusieurs essais, il s'est avéré que cela générait un bruitage sur les voxels situés en bordure de la ROI, lors de l'application des filtres successifs durant la phase de débruitage (étape 2). Le cropping a par conséquent été réalisé juste avant l'étape 3 de segmentation de l'image, afin d'éviter cet artefact.

Le débruitage de l'image peut également être réalisé en post-traitement après la segmentation. Une méthode de post-traitement utilisée dans la littérature est l'application d'un *Majority filter* (« filtre majoritaire ») : dans un noyau cubique dont le nombre de voxels par côté est choisi par l'opérateur, la valeur de niveau de gris du voxel central se voit remplacée par la valeur de niveau de gris la plus représentative de tous les voxels voisins. les

images 3D obtenues à PIXANIM n'ont pas été traitées au moyen d'un filtre majoritaire, car jugées suffisamment bonnes en termes de segmentation avant la binarisation. En revanche, un filtre majoritaire a été appliqué sur les images 3D obtenues à l'ISTO après le seuillage, en raison d'une meilleure distinction des différentes phases.

2.2.5. Représentation graphique des différentes phases de sol

Au total, 5 phases de sol ont été identifiées lors de la segmentation (étape 3 de la Figure 54) : l'air, la matière organique particulaire (POM), la phase caillouteuse, la matrice de sol « aérée » et la matrice de sol « dense ». La distinction entre les deux types de matrices a été réalisée, car nous avons observé au sein de la matrice non pas une mais deux familles de niveaux de gris, correspondant probablement à des objets de nature et de porosité différentes. Séparer la matrice en deux phases différentes a également permis de mieux identifier les phases « air » et « cailloux ». Les phases de sol des images 3D obtenues respectivement à 15 et 290 µm de résolution ont été représentées graphiquement, en fausse couleur, grâce au logiciel VGStudio MAX®. La symbologie adoptée est la même pour toutes les images 3D représentées dans le chapitre, quelle que soit l'échelle de travail. Seules 4 phases de sol ont été représentées par souci de clarté (Figure 55) : l'air, la matière organique, la matrice de sol et les cailloux. La distinction entre « matrice aérée » et matrice dense » n'a pas été réalisée.

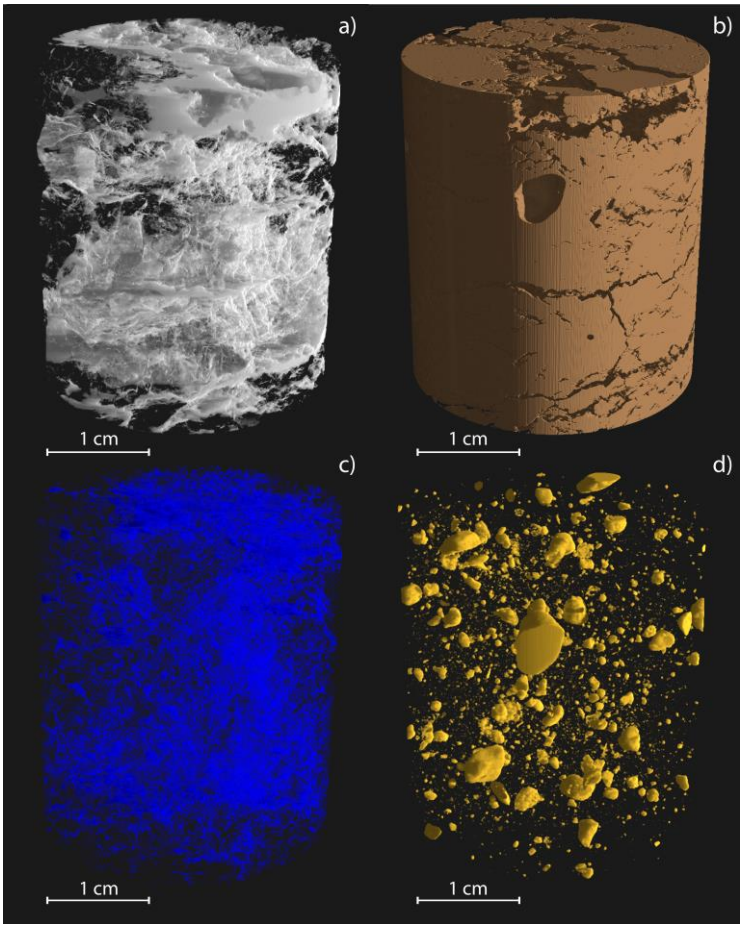


Figure 55 : Exemple de 4 phases de sol mises en forme avec le logiciel VGStudio MAX®. La porosité est en gris (a), la matrice de sol est en brun (b), les POM sont en bleu (c) et les cailloux sont en jaune (d).

2.2.6. Définition des indicateurs structuraux calculés sur les images 3D

Les indicateurs structuraux relatifs à la **mésostructure** ont été calculés sur les pores allant de **30 µm** à **75 µm** de diamètre, selon la classification de Cameron & Buchan (2006) adoptée dans le cadre de la thèse. La caractérisation de la mésostructure a été réalisée grâce aux cylindres scannés par tomographie X à l'ISTO (15 µm de résolution). Concernant la macrostructure, les indicateurs structuraux ont été calculés grâce aux cylindres scannés à la plateforme PIXANIM (290 µm de résolution).

Par souci de synthèse, certains résultats relatifs à la structure du sol présentent les appellations « […] *de terrain* » ou bien « […] *de laboratoire* ». Par exemple, la macroporosité *de terrain* fait référence à la macroporosité représentative de l'état structural de l'horizon superficiel **au moment de son échantillonnage** lors de la campagne de terrain. La macroporosité *de laboratoire* fait référence à la macroporosité mesurée par imagerie **24h après apport d'eau fertilisée** durant l'expérimentation en laboratoire.

Porosité à l'air (%)

La porosité à l'air s'exprime en pourcentage (%) et correspond au volume des vides développés dans l'échantillon, soit le volume du réseau poreux, rapporté au volume total :

$$Porosité\ à\ l'air\ (\%) = \frac{Nombre\ voxels\ appartenant\ au\ volume\ des\ vides}{Nombre\ voxels\ appartenant\ au\ volume\ total} \times 100 \quad (11)$$

Avec le volume total de sol correspondant au volume de sol contenu dans la ROI, soit le volume des vides plus le volume des phases solides. Le volume de vides détecté par le tomographe dépend intégralement de la résolution des images 3D. En effet, un pore est considéré comme tel lorsqu'au moins deux voxels situés côte à côte ont un niveau de gris correspondant à du vide. Par conséquent une résolution de 15 µm (images de l'ISTO) permet la caractérisation des pores dont les plus petits diamètres mesureront 30 µm, correspondant précisément à la limite basse de la mésoporosité selon Cameron & Buchan (2006). Une résolution de 290 µm, soit celle de PIXANIM, permettra l'accès à une porosité dont le diamètre minimum sera de 580 µm. Cela correspond à une frange haute de la macroporosité, dont la limite basse commence à partir de 75 µm selon Cameron & Buchan (2006). Cela signifie que si une valeur de 5 % de macroporosité est calculée pour un cylindre donné, l'analyse aura par conséquent détecté un volume de vide de 5 % dont le diamètre de pore est supérieur à 580 µm. Cela ne permet pas de mesurer la porosité plus fine développée dans le cylindre, dont le diamètre de pore est inférieur à 580 µm. En effet de manière générale, la porosité totale d'un sol atteint environ 50 %.

La porosité à l'air (%) est un paramètre fondamental à déterminer pour étudier les émissions de N_2O (Ortega-Ramírez et al., 2023; Rabot, Lacoste, et al., 2015). En effet dans un sol, le réseau poreux libre à l'air contrôle l'oxygénation du milieu ; la disponibilité en O_2 détermine le type de respiration microbienne qui se met en place à l'instant t. La molécule d'oxygène agit en effet en tant qu'accepteur final d'électron, et contrôle de fait le potentiel d'oxydo-réduction du sol, paramètre fondamental à tout type d'émissions de GES (Li, 2007). Si, pour diverses raisons, le milieu est anoxique ou bien la pression partielle en oxygène est faible dans

le réseau poreux libre à l'air du sol, une respiration microbienne anaérobie peut se mettre en place et occasionner de la dénitrification. La dénitrification est considérée comme le processus majoritaire de production de N_2O dans les sols ; des accepteurs d'électrons azotés, comme les nitrates ou nitrites, seront utilisés lors de la respiration microbienne (Robertson & Groffman, 2015; Rohe et al., 2021).

Surface spécifique ($m^2.m^{-3}$)

La surface spécifique ($m^2.m^{-3}$), calculée à l'échelle de la méso et de la macrostructure, permet d'estimer la surface d'échange de l'espace poreux, exprimée par rapport au volume total. Elle est égale au ratio entre la somme de la surface (mm^2) de chaque pore (c'est-à-dire la surface de la paroi du réseau poreux) et le volume total de sol considéré (mm^3) (Larsbo et al., 2014). La surface spécifique a été calculée avec les fonctions de Minkowski (Vogel et al. (2010), grâce à la librairie QuantIm :

$$\omega_1 = \frac{2}{\lambda\left(3 + 6\sqrt{2} + 4\sqrt{3}\right) \sum_q f\ (q)} \qquad (12)$$

Où λ correspond à la longueur du côté d'un voxel. Les valeurs entre parenthèses représentent la longueur relative des 13 directions différentes d'un cube basique. Le terme $\sum_q f\ (q)$ correspond au nombre total de voxels de la ROI. Pour plus de détails, se référer à l'article de Vogel et al. (2010).

De nombreux processus qui se produisent dans le sol sont, entre autres, contrôlés par la surface spécifique des pores (Rabot et al., 2018). En effet, la surface spécifique correspond à la surface d'échange entre la porosité du sol et la phase solide, disponible pour les transferts gazeux. La surface spécifique est également un paramètre pertinent pour l'étude des interactions chimiques des substances dissoutes à l'interface pore-solide, influençant la pédofaune (Vogel et al., 2010).

Distribution de la taille des pores

La distribution de la taille des pores correspond au volume des vides (mm^3) mesuré pour chaque classe de diamètre de pores (mm) présent dans l'échantillon de sol. Elle a été obtenue à l'échelle de la méso et de la macrostructure grâce à la fonction « *Local Thickness (complete process)* » du logiciel FIJI. Pour chaque cylindre de sol, le volume poreux de chaque classe de diamètre a été divisé par le volume total du cylindre de sol considéré (soit le volume de la ROI), puis multiplié par 100. Cela permet d'obtenir un pourcentage de porosité, et de comparer les distributions de tailles de pores entre les différentes images. La distribution de la taille des pores peut être représentée sous la forme d'un histogramme.

La distribution de la taille des pores permet de déterminer dans quelles classes de diamètre sont situés les volumes de vides les plus grands : la distribution de la taille des pores est par conséquent un paramètre structural décrivant indirectement l'état d'aération du sol (Smith, 2017), donc de l'oxygénation potentielle de la matrice du sol, susceptible d'influencer la production du N_2O. La distribution de la taille des pores est affectée, entre autres choses, par le travail du sol (Ball, Crichton, et al., 2008; Ball, 2013; Lognoul et al., 2017; Rabot et al., 2018).

Le travail du sol influence la production et les émissions de N_2O, en impactant les conditions d'oxygénation (Ball, 2013). Le tassement du sol est également susceptible de changer la distribution de la taille des pores, en réduisant le volume des macropores et en augmentant celui des pores plus fins (Richard et al., 2001). Cela est susceptible de modifier l'activité microbienne (Pulido-Moncada et al., 2022) ou d'induire une modification de l'exposition des matières organiques à la minéralisation microbienne (Schlüter et al., 2021).

Densité d'Euler (mm^{-3})

La densité d'Euler, déterminée grâce au nombre d'Euler, décrit la topologie d'une phase étudiée, soit la connectivité de cette phase. On s'intéresse dans le cadre de la thèse au nombre d'Euler calculé sur le réseau poreux libre à d'air, caractéristique de la connectivité du réseau poreux du sol contenu dans les cylindres (Smet et al., 2023).

Un nombre d'Euler négatif indique qu'il existe moins de pores isolés dans l'image 3D que de connexions entre les différents pores. En d'autres termes, des nombres d'Euler négatifs indiquent un haut degré de connexion du réseau poreux à l'échelle de l'échantillon de sol, soit un nombre de connexions entre les pores supérieur au nombre de pores non connectés (Lucas et al., 2019; Vogel, 1997). Pour chaque cylindre, le nombre d'Euler a été calculé avec le plugin *MorphoLibJ* dans FIJI (Legland et al., 2016). Le nombre d'Euler se calcule grâce à la formule suivante, pour un objet déterminé sur une image 3D :

$$\chi = \#sommets - \#bords + \#faces - \#volumes \qquad (13)$$

Avec le signe « # » signifiant « *le nombre de* ». Le nombre d'Euler est sans unité. Pour plus de précisions sur le calcul du nombre d'Euler, se référer aux travaux de Vogel et al. (2010).

La densité d'Euler (mm^{-3}), calculée à l'échelle méso et macro, correspond au nombre d'Euler calculé pour chaque cylindre puis normalisé par le volume total de sol (en mm^3) (Koestel et al., 2020). La densité d'Euler a été calculée pour chaque image 3D :

$$Densité\ d'Euler\ (mm^{-3}) = \frac{Nombre\ d'Euler}{Volume\ ROI\ (mm^3)} \qquad (14)$$

La connectivité du réseau poreux du sol est considérée comme un paramètre clé pour la pédofaune et les transports de fluides (Rabot et al., 2018). La connectivité entre les pores libres à l'air contrôle entre autres la perméabilité à l'air (Paradelo et al., 2016) et la disponibilité en oxygène pour les cortèges microbiens (Kravchenko et al., 2015), influençant les émissions de N_2O (Rabot, Lacoste, et al., 2015).

Indice *Id* $_{POM\text{-}air}$

L'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ a été déterminé sur l'ensemble des cylindres de sol, afin d'étudier la relation entre les flux de N_2O observés, les matières organiques particulaires (POM) détectées par imagerie et le volume poreux du sol. Les proportions de matières organiques particulaires (POM) ont été calculées à l'échelle de la macrostructure à partir des images 3D acquises à PIXANIM, sur les images 3D caractéristiques de la structure du sol observée sur le terrain et

durant l'expérimentation en laboratoire. Les valeurs calculées de l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ sont analysées et interprétées dans le chapitre 5.

L'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$, proposé par Ortega-Ramírez et al. (2023), est utilisé pour comprendre la production du N_2O provenant des habitats microbiens. L'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ est une mesure globale de la valeur moyenne des distances géodésiques, soit la distance mesurée dans un espace à trois dimensions, entre la surface de chaque POM détectée dans le cylindre de sol et le pore rempli d'air le plus proche. En effet, l'hypothèse des auteurs est qu'une fois que l'oxygène entre en contact avec une matière organique particulaire, le processus de dénitrification est affecté, ce qui impacte la production de N_2O (sous réserve de la présence de microorganismes dénitrifiants en train de minéraliser cette matière organique particulaire). Ainsi, plus l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ sera élevé, plus la moyenne de la distance géodésique entre les POM et la porosité remplie d'air sera élevée, indiquant des POM bien protégées de l'oxygénation dans la matrice du sol. Par conséquent, moins le processus de dénitrification sera impacté, donc plus la production de N_2O sera élevée.

La somme des distances géodésiques est calculée, dans la ROI, entre les voxels répartis à la surface des POM et les pores remplis d'air. Puis, cette somme est divisée par le nombre total de voxels appartenant à la surface des POM, donnant ainsi l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$. Ces étapes sont réalisées avec le plugin *MorphoLibJ* dans FIJI (Legland et al., 2016).

Soit la distance géodésique entre les voxels répartis à la surface des POM, et les pores remplis d'air :

$$GD_{POM-air}(i)$$

Soit le nombre total de voxels appartenant à la surface des POM, dans toute la ROI :

$$\partial_{POM}$$

La somme des distances géodésiques entre les voxels répartis à la surface de chaque POM et chaque pore rempli d'air dans le cylindre s'écrira donc :

$$SGD_{POM-air} = \sum_{i=1}^{\partial_{POM}} GD_{POM-air}(i)$$

L'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ correspond à la valeur moyenne de la distance géodésique entre la surface de l'ensemble des POM et les pores remplis d'air les plus proches. Ainsi, l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ s'écrira :

$$Id_{POM-air}\ (\mu m) = \frac{SGD_{POM-air}}{\partial_{POM}} \quad (15)$$

2.3. Mesure des transferts gazeux

Deux paramètres de transfert gazeux, la diffusivité relative des gaz et la perméabilité à l'air, ont été mesurés au laboratoire Agroscope (Zürich, Suisse) sur les cylindres de sol prélevés sur les 24 placettes d'intérêt. Ces mesures ont été réalisées pour qualifier les propriétés dont

dépendent la production, le transfert et les émissions de N_2O, à savoir la diffusion et l'advection des gaz dans le sol (conditionnées par la conformation du réseau poreux, donc par la structure et la teneur en eau du sol).

Afin de lier les émissions de N_2O observées sur le terrain et les paramètres de transfert gazeux, la diffusivité et la perméabilité ont été mesurées à la teneur en eau caractérisant le sol au moment précis de la campagne de terrain, sur les cylindres de sol non-perturbés. De cette manière, la mesure des transferts gazeux se rapproche au maximum des conditions de production et d'émission des flux de N_2O enregistrés.

2.3.1. Perméabilité à l'air

La perméabilité à l'air a été mesurée avec le même matériel et une méthodologie similaire à celle employée dans l'étude de Martínez et al. (2016), au moyen d'une méthode à régime permanent d'air pulsé, grâce à un perméamètre mis au point au laboratoire Agroscope (Suisse) selon le protocole d'Iversen et al. (2001) (Figure 56). La perméabilité à l'air (µm²) est calculée grâce à l'équation de Darcy :

$$K_a(\mu m^2) = \frac{-Q \times l_s \times \eta}{\Delta p \times A_s} \qquad (16)$$

Où Q est le débit volumétrique ($m^3.s^{-1}$), l_s est la hauteur de l'échantillon de sol (m), η est la viscosité dynamique de l'air (Pa.s), Δp est la différence de pression de l'air (Pa) et A_s est la section transversale de l'échantillon de sol (m^2).



Figure 56 : Perméamètre à l'air utilisé à Agroscope. Le haut du cylindre de sol est fixé au perméamètre au moyen d'une embase métallique munie d'un joint torique pour rendre le système étanche, connectée à un tuyau d'arrivée d'air. De l'air est envoyé sous pression dans le tuyau. L'opérateur doit par la suite précisément régler la différence de pression de l'air à une valeur de 2 hPa, puis enregistrer la valeur de débit volumétrique (en $l.min^{-1}$) mesurée à l'instant t. Enfin, la perméabilité à l'air K_a a été calculée grâce à l'équation de Darcy, en utilisant la valeur de débit volumétrique Q mesurée.

2.3.2. Diffusivité relative

La diffusivité relative des gaz a été mesurée avec le même matériel et une méthodologie similaire à celle employée dans l'étude de Martínez et al. (2016). La diffusivité relative des gaz (DP/D0) est un paramètre sans unité. Elle représente le rapport entre le coefficient de diffusion effectif du sol (*DP*, en $m^2.s^{-1}$) et le coefficient de diffusion de l'O_2 à l'air libre (*D0*) :

$$Diffusivité\ relative\ des\ gaz\ = \frac{DP}{D0} \qquad (17)$$

La valeur du coefficient de diffusion *D0* de l'O_2 est d'environ 0.205 $cm^2.s^{-1}$ (Schjønning et al., 2013). La démonstration mathématique du calcul de la diffusivité relative est disponible en Annexe 12. Le principe de mesure de D_p réside dans la diffusion naturelle de l'O_2 au travers du cylindre de sol (Figure 57). Le haut du cylindre de sol est en premier lieu solidement fixé à la chambre, la jonction étant étanchéifiée grâce à un joint torique. L'objectif est de fixer le haut du cylindre de sol à la chambre, afin qu'il soit uniquement en contact avec l'atmosphère de la chambre de diffusion. Par la suite, l'opérateur doit s'assurer que le capteur de concentration en O_2 de la chambre de diffusion détecte bien un taux de 21 %, correspondant à la concentration en O_2 atmosphérique. Puis, la chambre de diffusion est progressivement purgée de son air initial pour ne contenir *in fine* quasiment que du N_2, apporté grâce à un système de pompes.

Quand le capteur d'O_2 détecte une teneur en oxygène résiduelle proche de zéro dans la chambre, la mesure peut commencer : durant 45 minutes, la concentration en O_2 sera mesurée dans la chambre atmosphérique avec un pas de temps de 5 secondes. En effet, la concentration en O_2 augmentera progressivement dans la chambre, en raison de l'O_2 atmosphérique qui se diffusera naturellement dans la porosité à l'air du sol. La température ambiante et la pression atmosphérique sont mesurées en parallèle. Des valeurs de coefficient de diffusion (D_{p1}, D_{p2}, etc.) sont calculées à chaque valeur de concentration en oxygène mesurée toutes les 5 secondes. Enfin, le coefficient de diffusion effectif du sol D_p est calculé ; il correspond à la pente entre $ln(\Delta C_t/\Delta C_0)$ et le temps de diffusion *t* en seconde (annexe 13).

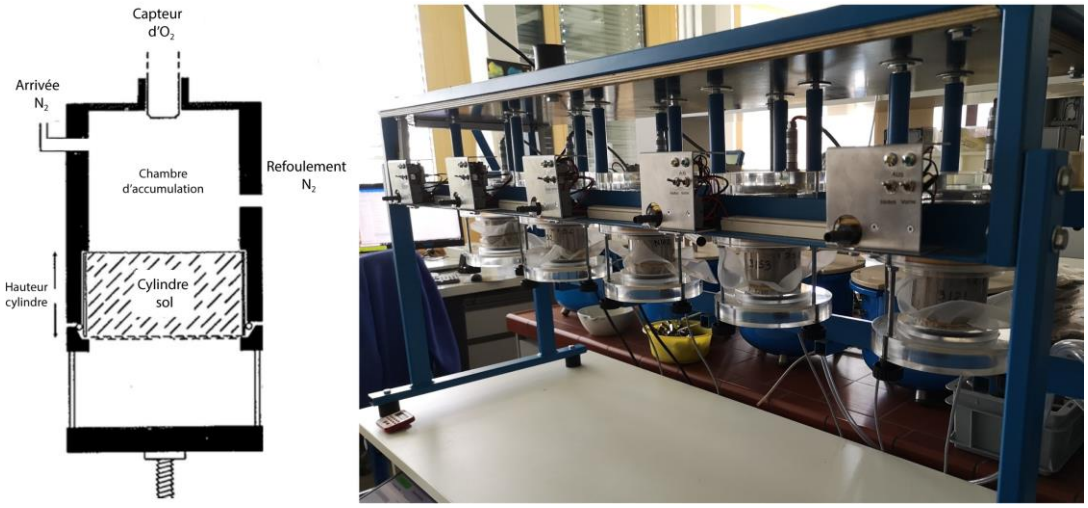


Figure 57 : À gauche : schéma d'une chambre de diffusion équipée d'un capteur de concentration en O_2 (schéma modifié d'après Schjønning et al., 2013). À droite : banc de mesure de la diffusivité relative utilisé à Agroscope.

2.4. Mesure de la masse volumique

La topographie du sol de chaque cylindre, sur lesquels la diffusivité relative et la perméabilité à l'air ont été mesurées, a été scannée par laser au laboratoire Agroscope, de manière à connaître précisément le volume de sol contenu dans chaque cylindre. Puis, les échantillons ont été placés pendant deux jours à l'étuve à 105 °C, et la masse volumique a été calculée pour chaque échantillon de sol grâce à la formule suivante :

$$M_v = \frac{M_s}{V_t} \qquad (18)$$

Avec M_s (g) la masse du sol sec, V_t (cm^3) le volume total de l'échantillon de sol et M_v la masse volumique ($g.cm^{-3}$).

2.5. Mesure de la porosité totale

La porosité totale (%) des cylindres de sol a été estimée grâce à la valeur de la masse volumique des cylindres de sol :

$$Porosité\ totale\ (\%) = \left(1 - \frac{M_v}{M_{solide}}\right) \times 100 \qquad (19)$$

Avec M_{solide} la masse volumique de la phase solide, fixée à 2.65 $g.cm^{-3}$.

3. Caractérisation de la structure au sein des quatre modalités de travail du sol

L'objectif de ce chapitre est de déterminer si des différences de structure du sol sont observées entre les quatre modalités de travail du sol étudiées, lors de la campagne de terrain, et lors de l'expérimentation en laboratoire. La morphologie de la structure du sol est décrite de manière qualitative, ainsi que de manière quantitative grâce aux indicateurs structuraux présentés précédemment, calculés à l'échelle de la mésostructure et de la macrostructure.

3.1. Description qualitative de la morphologie de la structure du sol

La structure du sol, caractérisée grâce aux images 3D (résolution de 290 µm et 15 µm) permettant de décrire la méso et la macrostructure du sol, a été illustrée en 3D grâce au logiciel VGStudio MAX®. La structure du sol de quatre cylindres, prélevés respectivement dans chacune des quatre modalités, a été représentée en Figure 58 (macrostructure terrain), en Figure 59 (méso et macrostructure terrain) et en Figure 60 (macrostructure laboratoire). Les observations de la structure du sol présentées ci-dessous sont de nature qualitative, issues de l'appréciation visuelle des images.

La structure du sol de la modalité *labour non-tassé* est représentée par les cylindres prélevés dans la placette Lnt16 (Figure 58.a et Figure 59.a). On observe, aux deux échelles d'étude, que

la matrice du sol est visuellement aérée et meuble, avec des mottes[45] bien distinctes et individualisées. La porosité inter-mottes est bien développée, et certaines mottes présentent une structure grumeleuse ou polyédrique subanguleuse (Baize & Jabiol, 2011). Par ailleurs concernant la macroporosité (Figure 58.a), la matrice du sol présente par endroit des zones inter-mottes où se concentre la matière organique. Concernant la porosité observée à 15 µm (Figure 59.a), quelques fissures sont observables dans les mottes de taille supérieure au cm ; il pourrait s'agir de fentes de dessiccation ou de cisaillement du sol.

La structure du sol de la modalité *labour tassé* est représentée par les cylindres prélevés dans la placette Lt8 (Figure 58.b & Figure 59.b). On observe, pour chacune des échelles d'étude, un sol visuellement plus dense qu'en *labour non-tassé* et présentant des mottes moins facilement différenciables que pour le sol de la placette Lnt16. Les mottes sont néanmoins toujours discernables et présentent une morphologie également polyédrique subanguleuse (Baize & Jabiol, 2011). Comme pour la modalité *labour non-tassé*, la matière organique est localisée préférentiellement au sein de la porosité inter-motte en Figure 58.b.

La structure du sol de la modalité *strip till non-tassé* est représentée par les cylindres prélevés dans la placette Snt11 (Figure 58.c & Figure 59.c). On observe, aux deux échelles d'étude, une structure massive, où les mottes se distinguent mal voire pas du tout. Concernant la macrostructure du sol (Figure 58.c), de grandes plages continues de matières organiques se distinguent, d'apparence rectiligne. Leur morphologie ressemble à celles de résidus de cultures (chaumes de maïs), observés en abondance lors de la campagne de terrain sur les placettes en strip till (photo de la placette Snt11 en Annexe 14). Certaines de ces pailles ont été vraisemblablement incorporées au sol.

Enfin, la structure du sol de la modalité *strip till tassé* est représentée par les cylindres prélevés dans la placette St15 (Figure 58.d & Figure 59.d). Quelle que soit l'échelle d'étude, la matrice du sol paraît dense et massive, apédique, et les mottes sont visuellement indiscernables.

Une illustration de la macrostructure du sol observée lors de l'expérimentation en laboratoire est présentée en Figure 60. Il y a peu de différences visuelles entre la macrostructure du sol lors de la campagne de terrain (Figure 58) et celle 24h après apport d'eau fertilisée (Figure 60). Il est important de souligner que les coupes de macrostructure en fausse 2D, représentées graphiquement, n'ont pas été prises au même endroit des cylindres de sol avec VGStudio MAX®, entre la situation de terrain (Figure 58) et durant l'expérimentation en laboratoire (Figure 60).

[45] Comme les échantillons de sol ont été prélevés dans un sol travaillé, l'emploi du terme « motte » est préféré au terme « agrégat » lors de la description morphologique des images 3D de sol, car formé artificiellement par une opération culturale (Gautronneau & Manichon, 1987; Rabot et al., 2018).

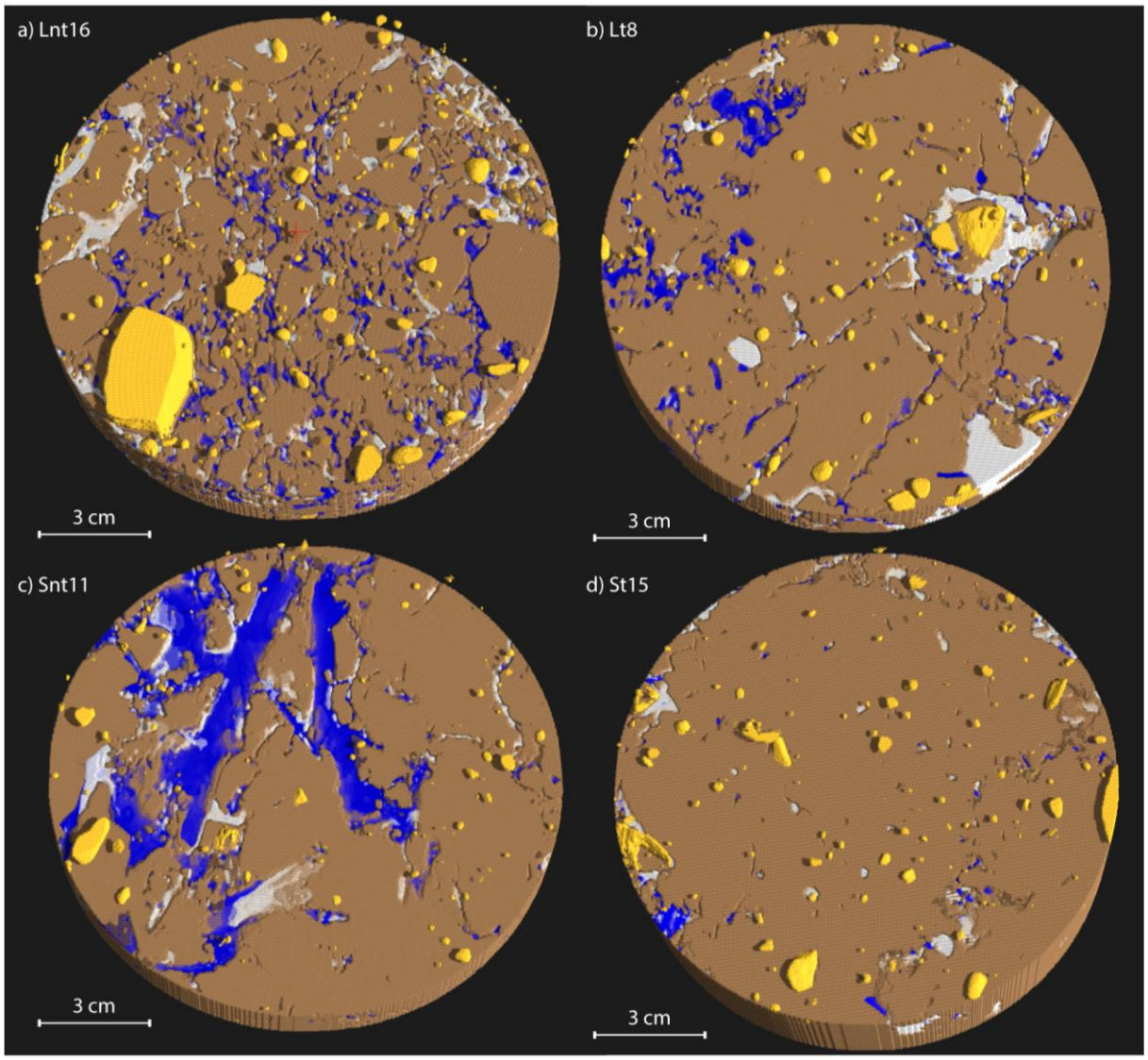


Figure 58 : Coupes 2D de la macrostructure du sol de quatre cylindres échantillonnés dans les quatre modalités de travail du sol étudiées, représentatifs de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain. Les cylindres de sol ont été scannés à la plateforme PIXANIM, à 290 µm de résolution. La porosité est en gris, la matrice de sol est en brun, les POM sont en bleu et les cailloux sont en jaune.

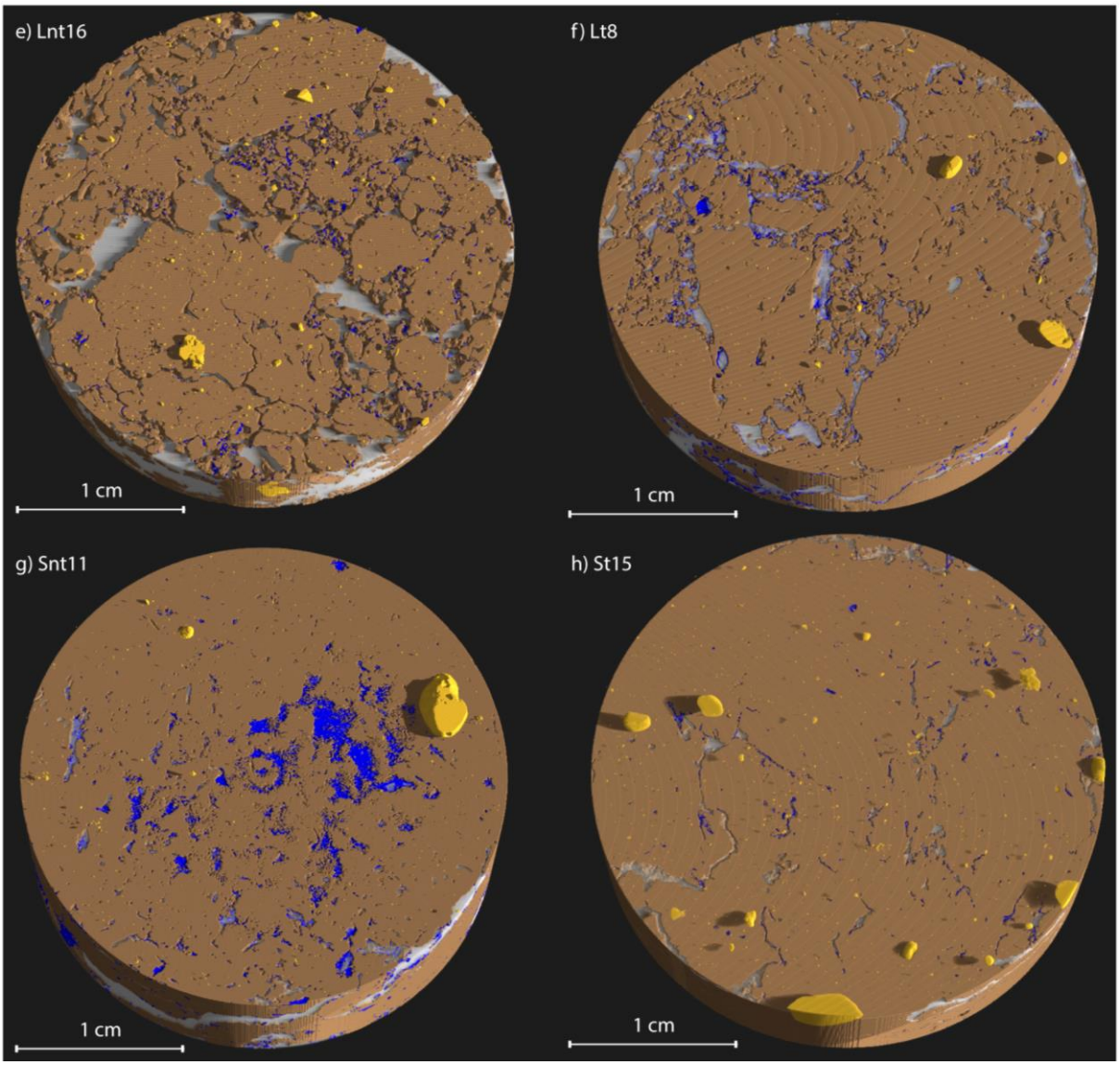


Figure 59 : Coupes 2D de la méso et de la macrostructure du sol de quatre cylindres échantillonnés dans les quatre modalités de travail du sol étudiées, représentatifs de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain. Les cylindres de sol ont été scannés à l'ISTO, à 15 µm de résolution. La porosité est en gris, la matrice de sol est en brun, les POM sont en bleu et les cailloux sont en jaune.

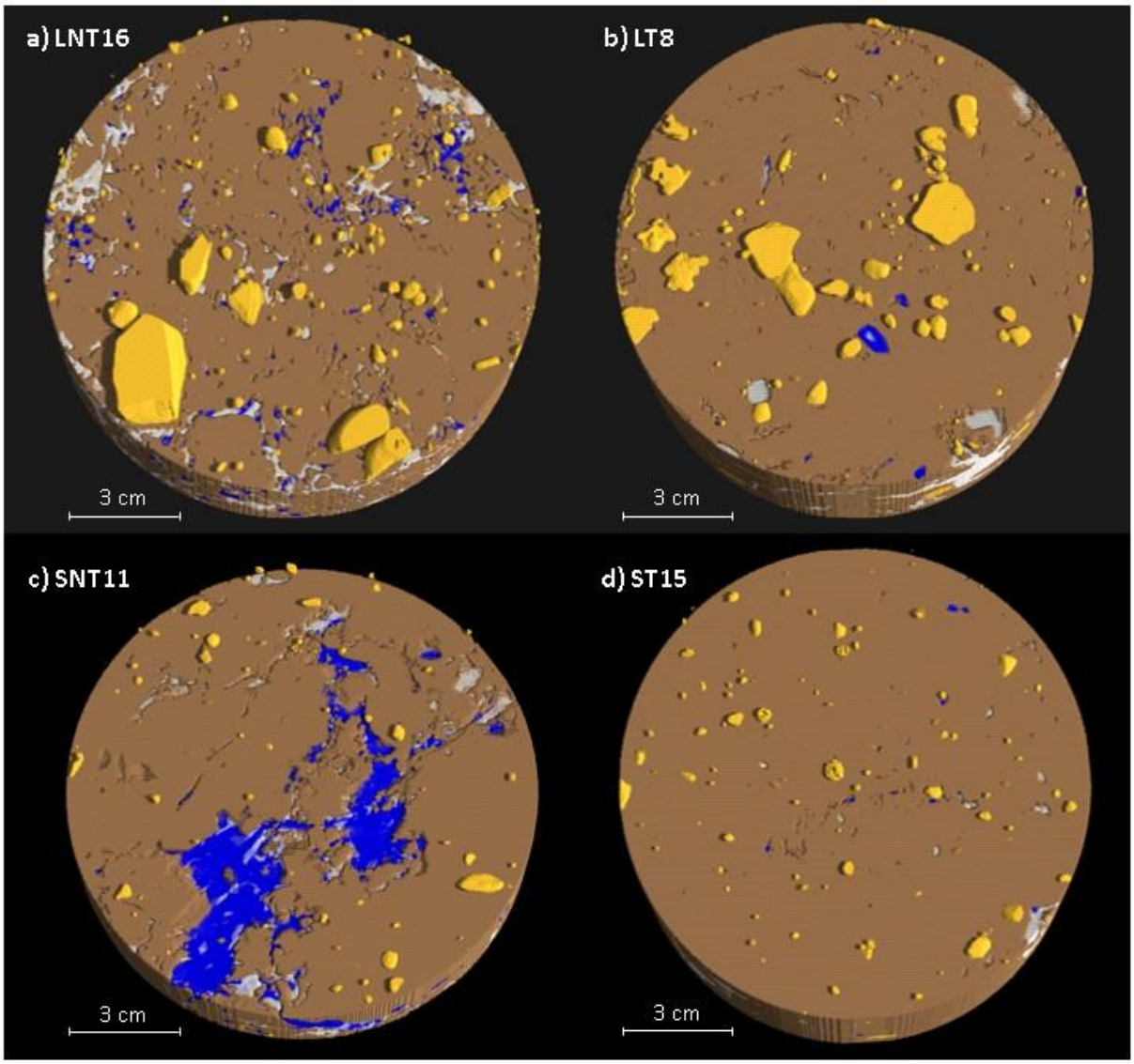


Figure 60 : Coupes 2D de la macrostructure du sol de quatre cylindres échantillonnés dans les quatre modalités de travail du sol étudiées, représentatifs de la structure du sol observée en laboratoire 24h après apport d'eau fertilisée. Les cylindres de sol ont été scannés à la plateforme PIXANIM, à 290 µm de résolution. La porosité est en gris, la matrice de sol est en brun, les POM sont en bleu et les cailloux sont en jaune.

3.2. Porosité du sol et matières organiques particulaires (POM)

Le Tableau 15 présente les valeurs de mésoporosité et de macroporosité pour les quatre modalités de travail du sol, caractéristiques de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain puis pendant la phase de laboratoire. Le Tableau 16 présente les valeurs de méso et de macroporosité observées pour chaque placette d'intérêt.

Tableau 15 : Statistiques descriptives de la mésoporosité et de la macroporosité calculées pour les quatre modalités de travail du sol, caractéristiques de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain et lors de la phase de laboratoire.

Paramètre (n=24)	Modalité de travail du sol	Minimum	Médiane	Maximum
Mésoporosité terrain (%)	Labour non-tassé	0.58	0.88	1.01
Macroporosité terrain (%)	Labour non-tassé	3.86	5.53	6.73
Macroporosité laboratoire (%)	Labour non-tassé	2.68	4.24	5.12
Mésoporosité terrain (%)	Labour tassé	0.19	0.50	0.62
Macroporosité terrain (%)	Labour tassé	0.18	1.87	3.69
Macroporosité laboratoire (%)	Labour tassé	0.11	1.44	3.25
Mésoporosité terrain (%)	Strip till non-tassé	0.40	0.55	0.98
Macroporosité terrain (%)	Strip till non-tassé	1.08	2.10	10.40
Macroporosité laboratoire (%)	Strip till non-tassé	0.75	1.44	7.91
Mésoporosité terrain (%)	Strip till tassé	0.36	0.52	0.75
Macroporosité terrain (%)	Strip till tassé	0.68	1.42	3.88
Macroporosité laboratoire (%)	Strip till tassé	0.53	1.08	2.80
POM terrain (%) (macrostructure)	Labour non-tassé	1.75	4.44	8.55
POM laboratoire (%) (macrostructure)	Labour non-tassé	0.16	1.10	1.91
POM terrain (%) (macrostructure)	Labour tassé	0.83	2.09	8.19
POM laboratoire (%) (macrostructure)	Labour tassé	0.09	0.68	1.78
POM terrain (%) (macrostructure)	Strip till non-tassé	0.05	1.63	5.67
POM laboratoire (%) (macrostructure)	Strip till non-tassé	0.02	0.93	4.18
POM terrain (%) (macrostructure)	Strip till tassé	1.14	2.62	4.78
POM laboratoire (%) (macrostructure)	Strip till tassé	0.23	0.91	1.57

Tableau 16 : Pour chacune des 24 placettes d'intérêt, valeurs de la mésoporosité, de macroporosité et de POM estimées par imagerie, caractéristiques de la structure du sol observée lors de la campagne de terrain et lors de la phase de laboratoire.

Placettes	Mésoporosité (%)	Macroporosité terrain (%)	Macroporosité laboratoire (%)	POM terrain (%) (macrostructure)	POM laboratoire (%) (macrostructure)
Lnt11	0.70	6.64	4.38	2.9	1.2
Lnt15	0.58	3.86	2.68	2.5	0.2
Lnt16	0.89	5.52	4.50	8.6	1.9
Lnt18	1.01	6.73	5.12	6.8	1.0
Lnt19	0.94	4.33	3.93	6.0	1.8
Lnt2	0.86	5.54	4.10	1.8	0.3
Lt10	0.51	1.89	1.18	2.0	0.1
Lt12	0.62	1.85	1.70	0.8	0.4
Lt18	0.19	0.18	0.11	2.1	1.8
Lt19	0.35	0.21	0.20	8.2	1.3
Lt2	0.49	2.41	1.86	1.2	0.1
Lt8	0.55	3.69	3.25	3.8	1.0
Snt11	0.48	1.90	1.41	5.7	4.2
Snt2	0.85	2.31	1.47	0.1	0.0
Snt20	0.40	1.09	0.75	1.8	1.4
Snt3	0.98	1.08	0.89	1.6	0.3
Snt5	0.53	10.40	7.91	1.6	0.5
Snt6	0.57	4.90	3.12	1.4	1.6
St11	0.49	1.40	1.03	3.3	1.6
St14	0.72	3.88	2.80	3.0	1.0
St15	0.42	1.45	1.12	1.4	0.4
St16	0.75	3.28	2.48	1.1	0.2
St3	0.55	1.10	0.80	2.3	0.8
St8	0.36	0.68	0.53	4.8	1.2

La porosité des quatre modalités de travail du sol a été représentée graphiquement par des boxplots, aux deux échelles étudiées, respectivement pour la phase de terrain (Figure 61.a, Figure 61.b) et de laboratoire (Figure 61.c). On observe d'une part que la porosité des placettes situées dans la modalité *labour non-tassé* est significativement différente des trois autres modalités de travail du sol. D'autre part, la modalité *labour non-tassé* présente une médiane de porosité plus élevée et une distribution vers de plus fortes valeurs que celles des trois autres modalités, quelle que soit l'échelle d'étude, sur le terrain comme en laboratoire (Figure 61.a, b, c).

De plus on observe que les valeurs de macroporosité au laboratoire, mesurées 24h après apport d'eau fertilisée (Figure 61.c), sont plus faibles que les valeurs de macroporosité caractéristiques de la campagne de terrain (Figure 61.b). Ce constat est valable pour chacun des 24 cylindres analysés (Tableau 16), mais également pour les valeurs médianes des boxplots. Par exemple la médiane de la macroporosité caractéristique du terrain, mesurée dans la modalité *labour non-tassé*, est de 5.5 % contre seulement 4.2 % au laboratoire 24h après l'apport d'eau. Ce constat est également vrai concernant les POM. Par exemple pour la modalité *labour non-tassé*, la valeur médiane est de 4.4 % calculée pour la macrostructure du

terrain (Figure 61.d), contre une valeur de 1.1 % calculée pour la macrostructure du sol au laboratoire 24h après l'apport d'eau (Figure 61.e).

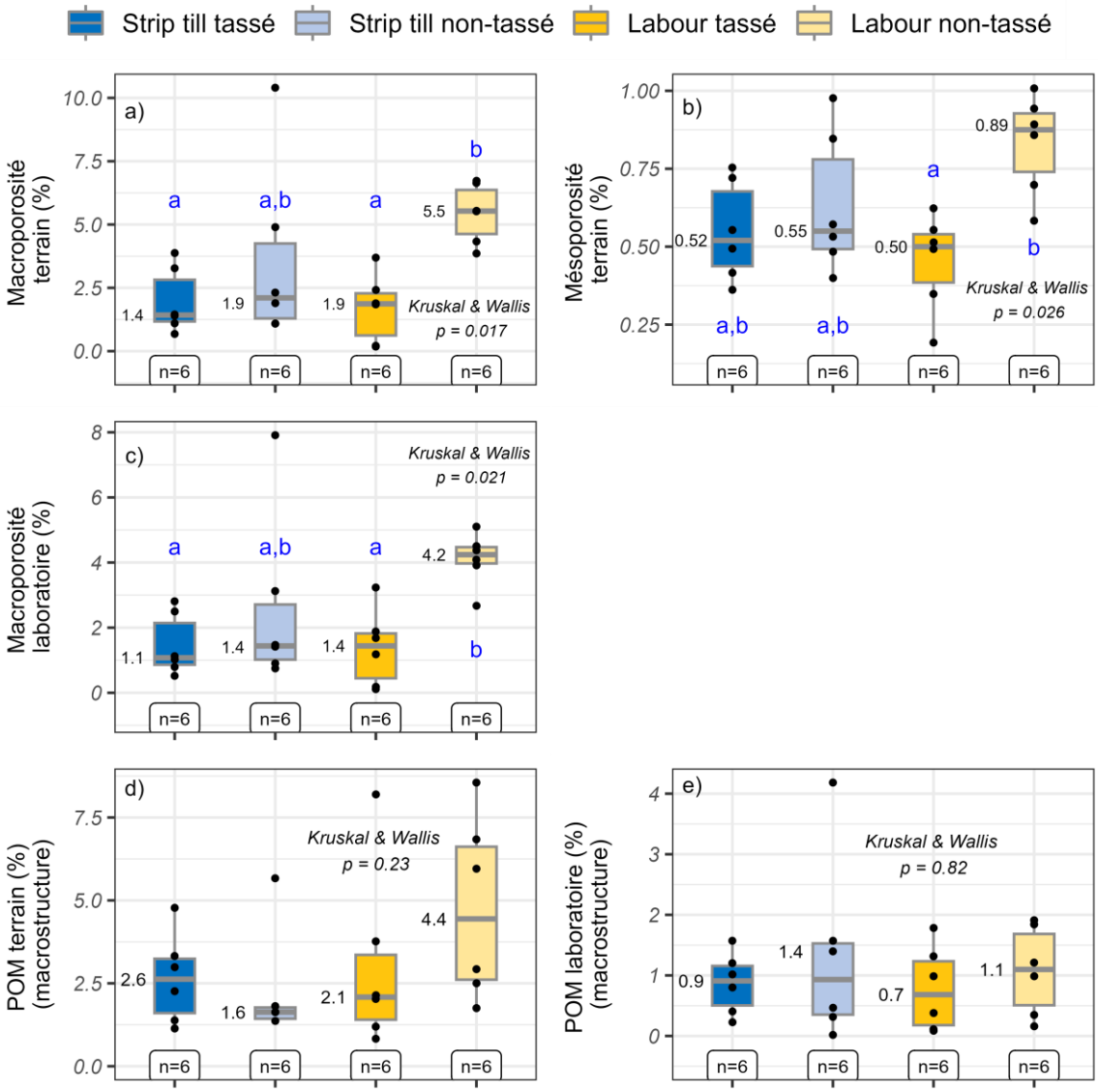


Figure 61 : Distribution de la macroporosité (a, c), mésoporosité (b) et des POM (d, e) estimées par imagerie (terrain et laboratoire). Des tests de Kruskal & Wallis ont été réalisés. Les différences sont significatives en a), b) et c) (puissance vérifiée pour chaque test, tests de comparaisons multiples effectués).

3.3. Caractérisation quantitative de la structure par des indices globaux

La perméabilité à l'air, la diffusivité relative des gaz, la masse volumique et la porosité totale (dérivée de la masse volumique) sont des paramètres qui décrivent, directement ou indirectement, la structure du sol dans sa globalité. Ces paramètres, présentés ci-dessous, sont nommés *indices globaux* de la structure du sol dans le cadre de la thèse.

Le Tableau 17 résume les valeurs de perméabilité à l'air, diffusivité relative, masse volumique et porosité totale, décrivant la structure du sol observée lors de la campagne de terrain pour les quatre modalités de travail du sol. Le Tableau 18 présente les valeurs des indicateurs globaux pour chaque placette d'intérêt.

Tableau 17 : Statistiques descriptives de la masse volumique, perméabilité à l'air, diffusivité relative et porosité totale mesurées pour les quatre modalités de travail du sol, caractérisant la structure du sol lors de la campagne de terrain.

Paramètre (n=24)	Modalité de travail du sol	Minimum	Médiane	Maximum
Masse volumique (g.cm-3)	Labour non-tassé	1.21	1.29	1.32
Perméabilité à l'air (µm²)	Labour non-tassé	18.44	37.39	104.73
Diffusivité relative des gaz	Labour non-tassé	0.03	0.04	0.08
Porosité totale (%)	Labour non-tassé	50.28	51.16	54.23
Masse volumique (g.cm-3)	Labour tassé	1.24	1.38	1.45
Perméabilité à l'air (µm²)	Labour tassé	3.73	6.56	48.40
Diffusivité relative des gaz	Labour tassé	0.00	0.02	0.06
Porosité totale (%)	Labour tassé	45.28	47.81	53.03
Masse volumique (g.cm-3)	Strip till non-tassé	1.34	1.40	1.49
Perméabilité à l'air (µm²)	Strip till non-tassé	3.47	12.02	26.89
Diffusivité relative des gaz	Strip till non-tassé	0.01	0.01	0.03
Porosité totale (%)	Strip till non-tassé	43.59	47.25	49.56
Masse volumique (g.cm-3)	Strip till tassé	1.22	1.39	1.43
Perméabilité à l'air (µm²)	Strip till tassé	1.35	4.84	68.88
Diffusivité relative des gaz	Strip till tassé	0.00	0.01	0.05
Porosité totale (%)	Strip till tassé	46.08	47.64	54.05

Tableau 18 : Pour chacune des 24 placettes d'intérêt, valeurs de masse volumique, perméabilité à l'air, diffusivité relative et porosité totale, caractérisant la structure du sol lors de la campagne de terrain.

Placettes	Masse volumique (g.cm-3)	Perméabilité à l'air (µm²)	Diffusivité relative des gaz	Porosité totale (%)
Lnt11	1.31	37	0.042	51
Lnt15	1.32	38	0.047	50
Lnt16	1.21	105	0.077	54
Lnt18	1.29	36	0.051	51
Lnt19	1.29	18	0.032	51
Lnt2	1.29	102	0.041	51
Lt10	1.40	4	0.005	47
Lt12	1.38	7	0.029	48
Lt18	1.45	4	0.005	45
Lt19	1.35	6	0.011	49
Lt2	1.39	9	0.054	48
Lt8	1.24	48	0.064	53
Snt11	1.49	4	0.011	44
Snt2	1.35	20	0.032	49
Snt20	1.38	27	0.019	48
Snt3	1.34	23	0.029	50
Snt5	1.41	4	0.008	47
Snt6	1.43	3	0.008	46
St11	1.43	1	0.003	46
St14	1.36	6	0.008	49
St15	1.22	69	0.032	54
St16	1.25	22	0.048	53
St3	1.42	3	0.006	46
St8	1.42	3	0.014	47

La distribution des valeurs des indicateurs globaux considérés a été représentée pour les quatre modalités de travail du sol (Figure 62). Concernant la perméabilité à l'air (Figure 62.a), on observe que la modalité *labour non-tassé* est significativement différente des trois autres modalités de travail du sol, et présente une médiane plus élevée que celle des trois autres modalités. Bien que ce ne soit pas étayé statistiquement, la modalité *labour non-tassé* présente également la plus forte médiane de diffusivité relative et de porosité totale (Figure 62.b & Figure 62.d), ainsi que la plus faible médiane de masse volumique (Figure 62.c). Par ailleurs, la perméabilité à l'air et la diffusivité relative sont très corrélées positivement à la porosité totale (Figure 62.e et f).

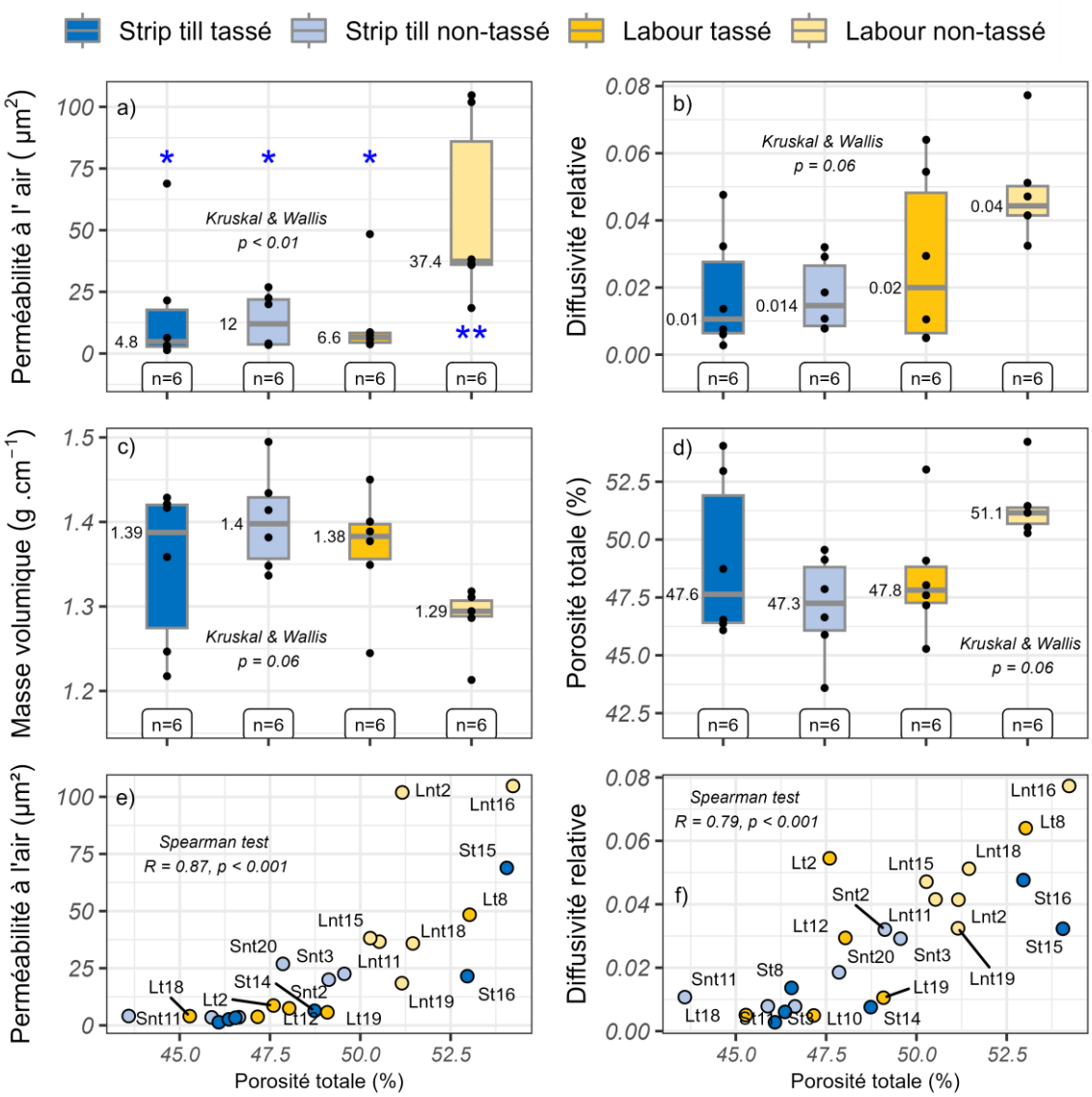


Figure 62 : Distribution de la perméabilité à l'air (a), diffusivité relative (b), masse volumique (c) et porosité totale (d), caractérisant la structure du sol observée lors de la campagne de terrain. En e) et f), relations deux à deux entre la perméabilité à l'air, la diffusivité relative et la porosité totale.

3.4. Distribution de la taille des pores

La distribution de la taille des pores a été calculée sur l'ensemble des images 3D, acquises à l'ISTO et à PIXANIM. Concernant la structure du sol caractéristique de la campagne de terrain, la distribution de la taille des pores a été représentée à l'échelle de la mésostructure (Figure 63.a) et de la macrostructure (Figure 63.b). Concernant l'expérimentation en laboratoire, la distribution de la taille des pores a été représentée seulement à l'échelle de la macrostructure du sol observée 24h après apport d'eau fertilisée (Figure 63.c).

Quelle que soit l'échelle d'étude et le contexte étudié (terrain ou laboratoire), on observe que la modalité *labour non-tassé* se démarque des trois autres modalités de travail du sol par son volume poreux plus grand, pour chacune des classes de diamètres de pores analysées.

Concernant la mésoporosité (Figure 63.a), on remarque que les pores libres à l'air de *60 µm* de diamètre représentent les plus grands volumes par rapport aux pores d'autres diamètres. Concernant la macroporosité observée sur le terrain (Figure 63.b) et lors de l'expérimentation en laboratoire (Figure 63.c), on remarque que ce sont les pores libres à l'air de plus petits diamètres (< 2 mm) qui présentent les plus grands volumes. *A contrario*, les pores de plus grand diamètre (par exemple ceux de 3 à 10 mm) représentent un faible volume de la macroporosité observée. Enfin la macroporosité observée pendant la phase de laboratoire (Figure 63.c) est plus faible que celle observée lors de la campagne de terrain (Figure 63.b), et ce quel que soit le diamètre des pores pour les quatre modalités de travail du sol.

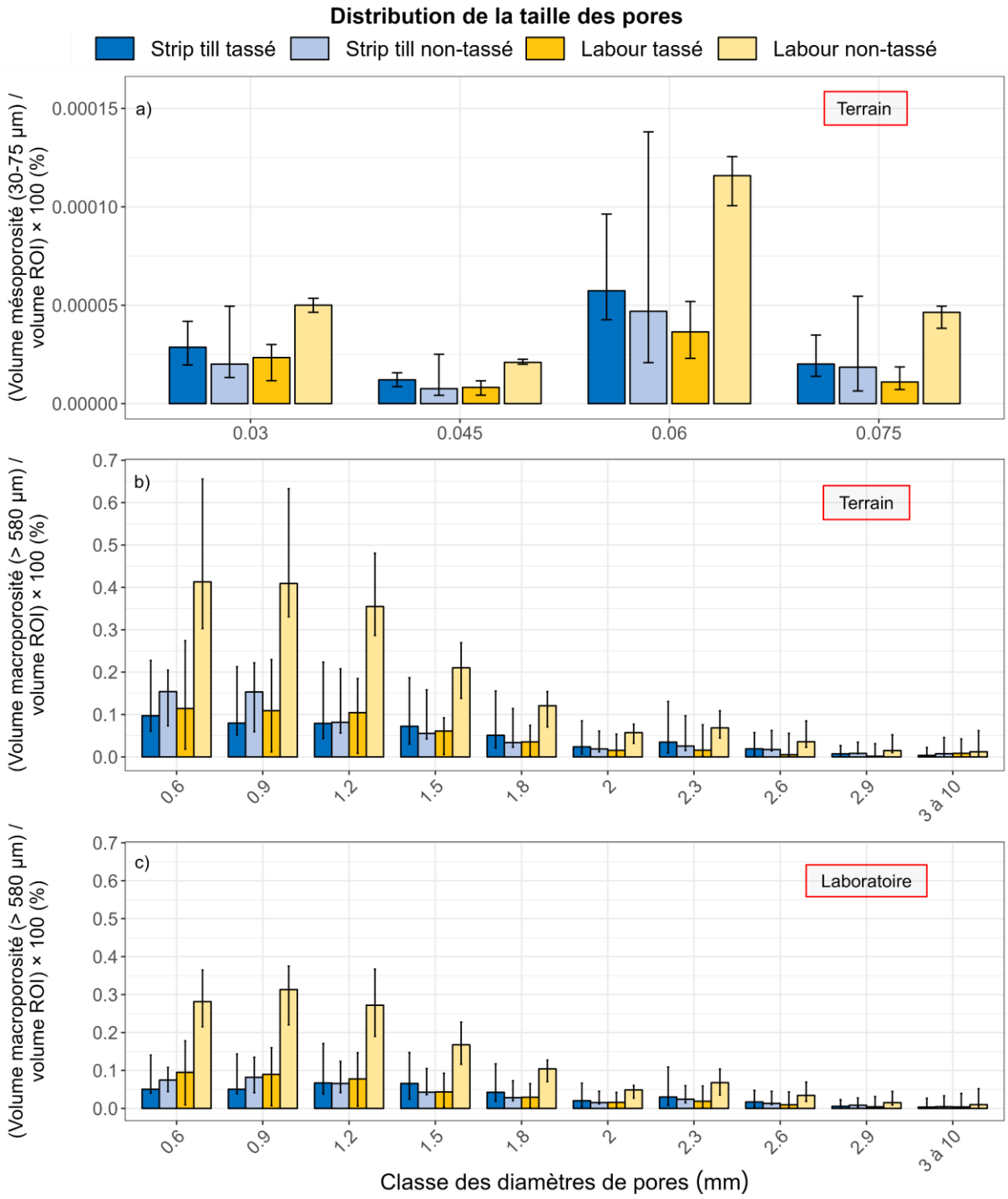


Figure 63 : Pour les quatre modalités de travail du sol, distribution de la taille des pores de la mésostructure (a) et la macrostructure (b) du sol lors de la campagne de terrain, et de la macrostructure du sol lors de l'expérimentation en laboratoire (c). Concernant l'échelle des ordonnées des graphiques, le volume de la porosité et de la ROI sont en mm^3. L'histogramme est construit grâce aux médianes, et les barres d'erreurs représentent les valeurs minimums et maximums.

3.5. Caractérisation quantitative de la structure du sol par des indicateurs structuraux

Le Tableau 19 résume les valeurs de la surface spécifique et de la densité d'Euler, calculées pour la méso et la macroporosité observées sur le terrain, et pour la macroporosité observée au laboratoire (24h après apport d'eau fertilisée). Le Tableau 20 présente les valeurs de surface spécifique et de densité d'Euler pour chacune des 24 placettes d'intérêt.

Tableau 19 : Statistiques descriptives de la surface spécifique et de la densité d'Euler calculées pour les quatre modalités de travail du sol, caractérisant la structure du sol lors de la phase de terrain et de laboratoire.

Paramètre (n=24)	Modalité de travail du sol	Minimum	Médiane	Maximum
Surface spécifique méso terrain (m².m-3)	Labour non-tassé	0.505	0.71670	0.82718
Surface spécifique macro terrain (m².m-3)	Labour non-tassé	0.112	0.15065	0.22012
Surface spécifique macro laboratoire (m².m-3)	Labour non-tassé	0.079	0.11225	0.13311
Densité d'Euler terrain (15 µm ; mm-3)	Labour non-tassé	-0.184	0.14200	0.82120
Densité d'Euler terrain (290 µm ; mm-3)	Labour non-tassé	0.001	0.00174	0.00260
Densité d'Euler laboratoire (290 µm ; mm-3)	Labour non-tassé	0.001	0.00144	0.00184
Surface spécifique méso terrain (m².m-3)	Labour tassé	0.150	0.41418	0.49106
Surface spécifique macro terrain (m².m-3)	Labour tassé	0.006	0.05149	0.08222
Surface spécifique macro laboratoire (m².m-3)	Labour tassé	0.004	0.03451	0.05835
Densité d'Euler terrain (15 µm ; mm-3)	Labour tassé	0.984	1.79858	2.38715
Densité d'Euler terrain (290 µm ; mm-3)	Labour tassé	0.000	0.00055	0.00132
Densité d'Euler laboratoire (290 µm ; mm-3)	Labour tassé	0.000	0.00053	0.00089
Surface spécifique méso terrain (m².m-3)	Strip till non-tassé	0.309	0.42794	0.76826
Surface spécifique macro terrain (m².m-3)	Strip till non-tassé	0.031	0.05858	0.20640
Surface spécifique macro laboratoire (m².m-3)	Strip till non-tassé	0.020	0.03550	0.15877
Densité d'Euler terrain (15 µm ; mm-3)	Strip till non-tassé	1.030	1.45354	2.30618
Densité d'Euler terrain (290 µm ; mm-3)	Strip till non-tassé	0.000	0.00034	0.00069
Densité d'Euler laboratoire (290 µm ; mm-3)	Strip till non-tassé	0.000	0.00044	0.00088
Surface spécifique méso terrain (m².m-3)	Strip till tassé	0.292	0.41053	0.57540
Surface spécifique macro terrain (m².m-3)	Strip till tassé	0.022	0.03929	0.09897
Surface spécifique macro laboratoire (m².m-3)	Strip till tassé	0.017	0.02700	0.06596
Densité d'Euler terrain (15 µm ; mm-3)	Strip till tassé	0.785	1.48579	2.45697
Densité d'Euler terrain (290 µm ; mm-3)	Strip till tassé	0.001	0.00066	0.00102
Densité d'Euler laboratoire (290 µm ; mm-3)	Strip till tassé	0.000	0.00051	0.00057

Tableau 20 : Pour chacune des 24 placettes d'intérêt, valeurs de la surface spécifique et de la densité d'Euler, caractérisant la structure du sol lors de la campagne de terrain et lors de la phase de laboratoire.

Placettes	Surface spécifique méso terrain ($m^2.m-3$)	Surface spécifique macro terrain ($m^2.m-3$)	Surface spécifique macro laboratoire ($m^2.m-3$)	Densité d'Euler terrain (15 µm ; 1/mm3)	Densité d'Euler terrain (290 µm ; 1/mm3)	Densité d'Euler laboratoire (290 µm ; 1/mm3)
Lnt11	0.57	0.22	0.13	0.8	0.0026	0.0017
Lnt15	0.51	0.11	0.08	0.2	0.0014	0.0014
Lnt16	0.73	0.17	0.13	0.6	0.0016	0.0015
Lnt18	0.83	0.14	0.10	0.1	0.0011	0.0012
Lnt19	0.79	0.13	0.12	-0.2	0.0019	0.0018
Lnt2	0.71	0.16	0.10	0.0	0.0022	0.0013
Lt10	0.42	0.07	0.04	2.4	0.0013	0.0006
Lt12	0.49	0.04	0.03	1.5	0.0004	0.0004
Lt18	0.15	0.01	0.00	1.0	0.0002	0.0002
Lt19	0.28	0.01	0.01	2.4	0.0002	0.0002
Lt2	0.41	0.08	0.06	1.4	0.0013	0.0009
Lt8	0.44	0.06	0.06	2.1	0.0007	0.0008
Snt11	0.36	0.05	0.04	1.9	0.0007	0.0006
Snt2	0.62	0.07	0.03	2.3	0.0003	0.0005
Snt20	0.31	0.03	0.02	1.0	0.0004	0.0003
Snt3	0.77	0.03	0.02	1.1	0.0006	0.0004
Snt5	0.42	0.21	0.16	1.6	0.0003	0.0009
Snt6	0.44	0.08	0.06	1.3	0.0001	0.0003
St11	0.37	0.04	0.03	1.6	0.0006	0.0006
St14	0.55	0.10	0.07	1.5	0.0010	0.0005
St15	0.33	0.04	0.03	1.5	0.0006	0.0004
St16	0.58	0.08	0.06	2.5	0.0006	0.0005
St3	0.45	0.03	0.02	0.8	0.0009	0.0005
St8	0.29	0.02	0.02	1.5	0.0007	0.0005

Les distributions de la surface spécifique et de la densité d'Euler ont été représentées pour les quatre modalités de travail du sol, aux deux échelles étudiées, respectivement pour la structure du sol caractéristique de la campagne de terrain (Figure 64.a, b, c, d) et pour la structure du sol observée lors de l'expérimentation en laboratoire (Figure 64.e, f).

On observe d'une part que la surface spécifique et la densité d'Euler de la modalité *labour non-tassé* sont significativement différentes des trois autres modalités de travail du sol, aux deux échelles étudiées, sur le terrain et en laboratoire. D'autre part, la modalité *labour non-tassé* présente une surface spécifique médiane plus élevée que celle des trois autres modalités, aux deux échelles étudiées, sur le terrain et en laboratoire (Figure 64.a, b, e).

En revanche, la situation est différente pour la densité d'Euler selon l'échelle d'étude considérée. En effet, la modalité *labour non-tassé* présente la valeur médiane de densité d'Euler la plus faible des quatre modalités à 15 µm de résolution (Figure 64.d), mais la valeur médiane de densité d'Euler la plus élevée à 290 µm de résolution (Figure 64.c et f).

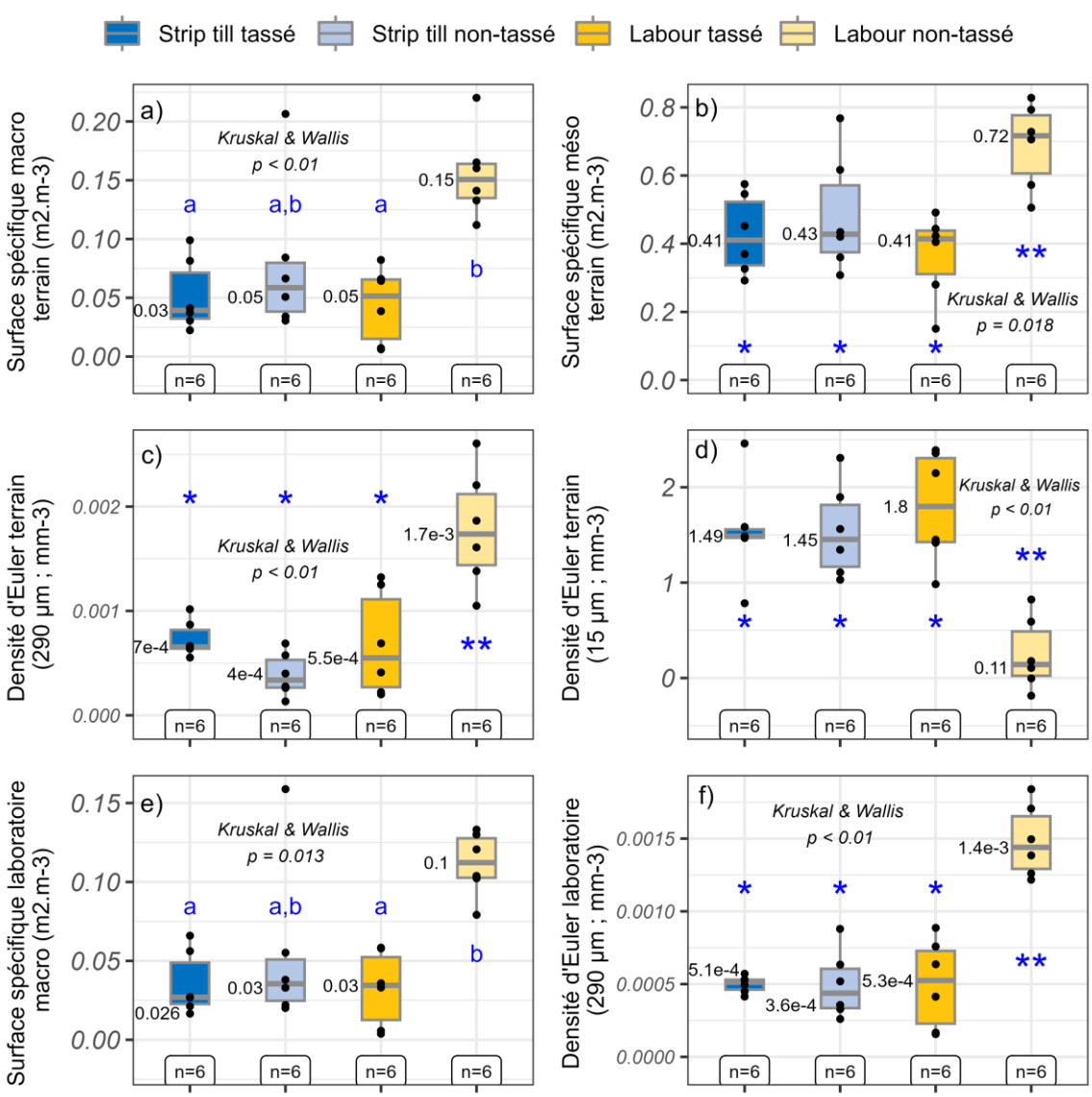


Figure 64 : Distribution des surfaces spécifiques et des densités d'Euler aux deux échelles d'étude, caractérisant la structure du sol observée lors de la campagne de terrain et la phase de laboratoire.

4. Discussion

4.1. La structure du sol de l'horizon superficiel est contrastée entre les modalités de travail du sol

La caractérisation de la structure du sol de l'horizon superficiel, au sein des quatre modalités de travail du sol étudiées dans une même typologie de sol, a permis de mettre en évidence des états physiques contrastés à l'échelle de la mésostructure et de la macrostructure.

La modalité *labour non-tassé* présente une structure bien différenciée de celle des trois autres modalités étudiées, aux deux échelles considérées. Le sol y est moins dense, plus poreux (lorsque le sol est considéré globalement, ainsi que pour chaque classe de diamètre de pore considérée), avec une meilleure aptitude à transférer les gaz par diffusion et advection, et une plus grande surface de contact entre la matrice et l'atmosphère du sol. Cela traduit

probablement l'action de fragmentation induite par le labour, dans une zone qui n'a pas été tassée par le passage d'un engin. Ces éléments pourraient expliquer le fait que les émissions de N_2O les plus faibles aient été mesurées en *labour non-tassé* (Figure 43, chapitre 3), probablement en raison d'une meilleure oxygénation de l'horizon superficiel que dans les trois autres modalités de travail du sol.

Les corrélations fortes observées entre les paramètres de transfert gazeux et la porosité totale (Figure 62.e et f) sont cohérentes avec la littérature, car des auteurs ont montré des relations positives entre la porosité et la perméabilité à l'air, et entre la porosité et la diffusivité relative (Deepagoda et al., 2011; Katuwal et al., 2015; Kawamoto et al., 2006; Naveed et al., 2014).

Les valeurs de densité d'Euler, permettant d'estimer la connectivité du réseau poreux libre à l'air (Figure 64.c et d), ont des ordres de grandeur très différents entre les résolutions de 15 µm et 290 µm. De telles différences ont également été observées dans de précédents travaux, par exemple dans l'étude de Lucas et al. (2019). Les auteurs ont scanné des mêmes échantillons de sol à plusieurs résolutions différentes. Les auteurs ont observé des valeurs de densité d'Euler de plus en plus faibles, à mesure que la résolution des images 3D était de plus en plus fine (valeurs de densité d'Euler toujours plus négatives, caractéristiques d'une plus forte connectivité de l'espace poreux aux échelles plus fines). Dans le cadre de la thèse, les valeurs de densité d'Euler obtenues pour les images dont la résolution est la plus grossière (290 µm) sont plus proches de zéro que les valeurs de densité d'Euler obtenues pour les images à 15 µm de résolution (Tableau 20). Cependant, quasiment l'intégralité des valeurs de densité d'Euler calculées aux deux échelles sont positives, indiquant une déconnexion du réseau poreux à ces échelles d'étude.

Concernant la connectivité de la macrostructure représentative du terrain (Figure 64.c), les sols en *labour non-tassé* présentent les valeurs de densité d'Euler les plus élevées des trois modalités de travail du sol (valeurs toutes positives). Cela signifie qu'avec une résolution de 290 µm, la connectivité du réseau poreux des sols de la modalité *labour non-tassé* est la plus faible. Cependant, le résultat contraire est observé à 15 µm de résolution (Figure 64.d), où les valeurs de densité d'Euler de la modalité *labour non-tassé* sont les plus faibles des trois modalités (certaines valeurs négatives), traduisant les connectivités les plus élevées.

Alors que Lucas et al. (2019) ont calculé des valeurs toujours négatives, les valeurs de densité d'Euler obtenues dans le cadre de la thèse sont toujours positives (à l'exception de la placette Lnt19 à une résolution de 15 µm, Tableau 20). Ces différences peuvent s'expliquer d'une part car Lucas et al. (2019) ont réalisé leur étude à partir de résolutions différentes de celles de la thèse (5 µm, 19 µm et 57 µm dans Lucas et al., 2019). D'autre part, les sols étudiés pouvaient présenter des structures différentes, du fait de pratiques agricoles et de textures différentes. Par exemple, le sol étudié dans Lucas et al. (2019) est plus argileux (31 % d'argiles) que le sol étudié dans la thèse (17 % d'argiles, Tableau 3, chapitre 2). Théoriquement plus la résolution est fine, plus le nombre d'objets connectés entre eux est élevé, traduit dans un sol par de nombreuses connexions entre les pores (Lucas et al., 2019).

4.2. Difficultés de seuillage de la matière organique

Des différences importantes de volume de POM (%), calculées par imagerie, ont été mises en évidence entre la macrostructure observée sur le terrain et celle observée en laboratoire, 24h après apport d'eau fertilisée (boxplots en Figure 61.d et e). Le volume de POM a diminué de manière quasiment systématique (excepté Snt6, Tableau 16), parfois de manière importante, 24h après apport d'eau durant la phase de laboratoire.

Pourtant, le sol n'a pas été remanié entre la phase de terrain et l'expérimentation en laboratoire, car il s'agit des mêmes cylindres de sol. Il n'y a pas de raisons que les taux de matières organiques aient diminué de la sorte en si peu de temps. Il est possible que le processus de segmentation des images 3D ne permette pas d'identifier la matière organique de manière optimale, et conduise à des erreurs d'estimation.

La difficulté de fixer un seuil entre les niveaux de gris caractérisant la matière organique est une problématique bien identifiée lors de la segmentation d'images 3D (Baveye et al., 2018; Kravchenko et al., 2014). D'une part, la matière organique présente des coefficients d'atténuation des rayons X générant des niveaux de gris situés entre ceux de la matrice de sol et ceux de la porosité remplie d'air ou d'eau (De Gryze et al., 2006; Peth et al., 2014). D'autre part, les origines, les compositions chimiques et les degrés d'humification des matières organiques du sol sont très diverses (Baize, 2016; Girard, Walter, et al., 2011b). Cela induit une large gamme de coefficients d'atténuation des rayons X, et par conséquent des niveaux de gris. Le fait de « fixer » un seuil entre la matière organique et l'air ou la matrice du sol est par conséquent délicat, car cela introduit des incertitudes de mesure.

Dans le cadre de la thèse, un exemple de difficulté de seuillage de la matière organique rencontré lors du traitement de l'image Snt20, acquise à 15 µm de résolution, est présenté en Figure 65. En Figure 65.a, ce qui semble être de la matière organique (objets dont la morphologie est visuellement caractéristique, et dont les niveaux de gris sont situés entre ceux de l'eau et la matrice du sol) est correctement détecté, générant par la suite une image de la matière organique binarisée fidèle à la réalité observée. En Figure 65.b, un autre objet qui semble être de la matière organique n'a pas été correctement identifié comme tel, induisant par conséquent une erreur de segmentation. En effet, seule la bordure de l'objet a été classée comme étant effectivement de la matière organique.

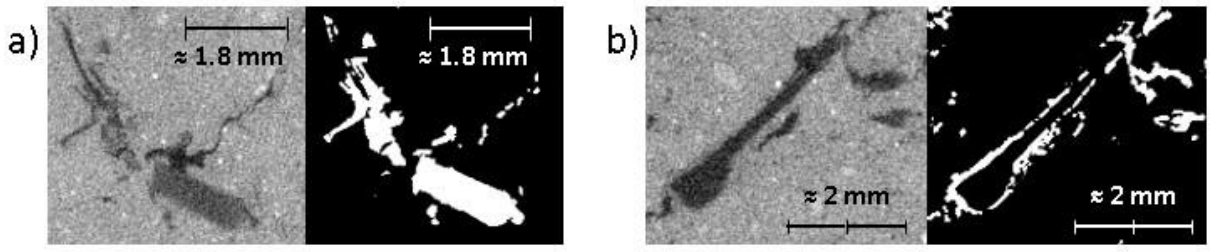


Figure 65 : Exemple d'incertitude de segmentation des POM. En a), ce qui semble être de la matière organique sur l'image brute a été identifié comme tel, et la matière organique se retrouve correctement segmentée sur l'image binarisée. En b), l'objet qui semble être de la matière organique sur l'image brute n'a pas été correctement identifié : seuls les contours de l'objet ont été classés dans la catégorie des matières organiques sur l'image binarisée.

Suite à ces difficultés de seuillage de la matière organique particulaire, on peut se demander si une bonne correspondance existe entre le volume de POM calculé par imagerie (pourcentage volumique), et les POM mesurées par le laboratoire SADEF (en $g.kg^{-1}$). Ortega-Ramírez et al. (2023) ont obtenu une très bonne relation linéaire (R^2 de 0.89) entre des matières organiques particulaires triées en laboratoire (en g) et des matières organiques particulaires déterminées par imagerie 3D (en cm^3).

Concernant les données de la thèse, les relations linéaires entre les mêmes variables sont faibles, quelle que soit l'échelle considérée (Figure 66). Le fait que les variables ne soient pas corrélées pourrait suggérer que l'une des deux méthodes de détermination des matières organiques particulaires n'est pas satisfaisante, soit le tri en laboratoire, soit le calcul effectué par imagerie.

Cependant, il est nécessaire de nuancer ces observations. Ortega-Ramírez et al. (2023) ont effectué une comparaison des POM triées en laboratoire et estimées par imagerie sur les mêmes cylindres de sol. Ça n'est pas le cas dans le cadre de la thèse, où les POM triées en laboratoire sont issues d'autres cylindres de sol (cylindres HYPROP ; conductivité hydraulique non-mesurée dans le cadre de la thèse, voire Figure 26, chapitre 2) que ceux scannés à l'ISTO ou à la plateforme PIXANIM. Cela pourrait expliquer les relations faibles observées (Figure 66). De plus, la mésestimation potentielle des POM lors du traitement des images 3D est susceptible d'avoir introduit des biais dans le calcul de l'$Id_{\text{POM air}}$ (résultats présentés dans le chapitre 5).

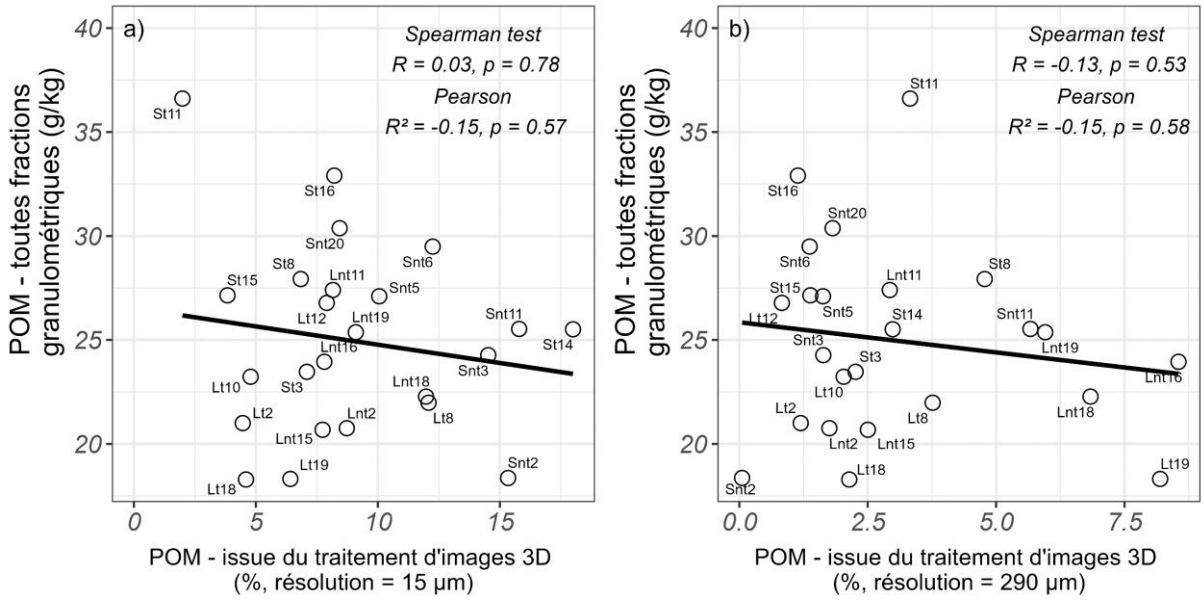


Figure 66 : Comparaison entre les matières organiques particulaires triées en laboratoire ($g.kg^{-1}$) et le volume de matières organiques particulaires issu de la segmentation d'images 3D (%), sur les images 3D caractérisant la structure du sol du terrain à 15 µm de résolution (a) et à 290 µm de résolution (b).

L'algorithme d'Otsu (1979), utilisé pour déterminer les seuils de segmentation des différentes phases dont les matières organiques, a été complété d'une appréciation visuelle puis d'une modification éventuelle du seuil de segmentation pour chaque image 3D par l'opérateur, afin de mieux identifier l'échelle des niveaux de gris dans laquelle sont comprises les matières organiques. Cependant de cette manière, le choix du seuil est opérateur-dépendant. Selon

Kravchenko et al. (2014), le fait d'identifier l'échelle de gris des POM manuellement par un opérateur est source de mauvaises classifications d'objets en tant que matières organiques particulaires. En effet certains objets, composés d'autre chose que de matières organiques, présentent une échelle de niveau de gris située dans les mêmes teintes que les vraies POM. Néanmoins, cette méthode d'identification manuelle des POM n'est pas à écarter pour autant, car les valeurs seuils basses et hautes de niveaux de gris proposées par l'algorithme d'Otsu ne sont parfois pas satisfaisantes.

Kravchenko et al. (2014) ont d'ailleurs proposé une méthode alternative permettant d'identifier les POM sur des images 3D acquises par CT scan. Cette méthode mêle à la fois l'appréciation visuelle de l'échelle des niveaux de gris des POM sur l'image par l'opérateur, suivi de filtres d'érosion-dilatation et *in fine* une analyse statistique discriminante, permettant d'éviter les mauvaises classifications des objets en tant que POM. Bien que fondée également sur l'estimation visuelle de l'échelle des niveaux de gris de la matière organique, cette approche pourrait être susceptible d'améliorer la qualité de la segmentation des matières organiques particulaires.

De plus, un nouveau champ de recherche prometteur est la segmentation d'images 3D obtenues par tomographie X grâce au *Deep Learning*. Cette approche permettrait de réduire le temps de travail lors de la phase de segmentation, ainsi que son coût (Ferreira et al., 2022; Inik et al., 2023). Cependant avec cette approche, il est tout de même nécessaire d'identifier correctement les différentes phases d'intérêt au début du processus d'apprentissage, étape qui reste opérateur-dépendante.

Enfin, il est à noter que les mêmes seuils ont été utilisés pour segmenter les images acquises pendant les phases de laboratoire et de terrain. Les différences de volumes de POM, estimées entre les phases de terrain et de laboratoire, pourraient être également dues à des différences de teneur en eau du sol. Cela est susceptible de modifier les niveaux de gris de la matrice du sol et de la matière organique particulaire (car stockant potentiellement de l'eau), de même que de faire évoluer la porosité non-détectée à la résolution de l'image.

4.3. Durant l'expérimentation en laboratoire, la macroporosité du sol a diminué en l'espace de 24h suite à l'apport d'eau fertilisée

À l'échelle de la macrostructure, l'apport d'eau fertilisée durant l'expérimentation en laboratoire a diminué le volume des pores libres à l'air. La macroporosité s'est refermée au sein de chaque cylindre de sol analysé, avec une intensité variable. La diminution la plus importante de macroporosité entre la phase de terrain et de laboratoire (après apport d'eau) est mesurée pour le sol de la placette Snt5, passant d'une macroporosité de 10.4 % à 7.9 % (Tableau 16). La fermeture généralisée de la macroporosité 24h après l'apport d'eau se traduit également via des volumes de pores plus faibles pour chaque classe de diamètre de pores (Figure 63.b et c), ainsi qu'une diminution de la surface spécifique (Figure 64.a et e).

Les argiles minéralogiques présentes dans les sols pourraient avoir gonflé après la redistribution des 600 ml d'eau fertilisée dans le cylindre, diminuant la porosité et augmentant le volume de matrice de sol détecté par imagerie.

Par ailleurs, l'utilisation de KNO_3 comme fertilisant dans les 600 ml d'eau apportés à chacun des cylindres analysés pourrait s'avérer mal adapté lorsque l'on travaille sur la structure du sol : en effet, l'apport de K^+ pourrait saturer les complexes adsorbants présents dans le sol. En effet le potassium est un cation alcalin monovalent, comme le sodium qui est bien connu pour se fixer sur les complexes argilo-humiques et empêcher la floculation, en prenant la place de cations plurivalents (Calvet, 2013; Servant, 1978). Cela pourrait, à terme, nuire à l'architecture des agrégats, devenant instables faute de ponts cationiques, et donc déstabiliser la structure.

5. Synthèse du chapitre 4

Les comparaisons réalisées entre les quatre modalités de travail du sol ont révélé que la modalité *labour non-tassé* était différente des trois autres. Les placettes de la modalité *labour non-tassé* présentent un sol moins dense, plus poreux (dans sa globalité, et selon les différentes classes de taille de pores), plus apte à transférer les gaz par diffusion et convection, et possédant également une plus grande surface de contact entre l'atmosphère et la porosité. Ces états structuraux particuliers pourraient expliquer le fait que les émissions de N_2O, mesurées dans la modalité *labour non-tassé*, aient été plus faibles (chapitre précédent, Figure 43) que dans les trois autres modalités. En effet le sol pourrait y avoir été mieux oxygéné, ce qui n'est pas favorable aux réactions de dénitrification.

L'étape du seuillage des matières organiques pourrait ne pas avoir été réalisée de manière optimale lors du traitement d'images, pour les deux échelles d'étude considérées. En effet, les POM déterminées par imagerie devraient théoriquement être fortement liées aux POM mesurées en laboratoire, ce qui n'est pas le cas concernant le jeu de données. Cependant, il se pourrait également que ces différences soient dues au fait que le volume de POM calculé par imagerie n'ait pas été déterminé sur les mêmes échantillons de sol que les POM mesurées en laboratoire.

Enfin concernant l'expérimentation en laboratoire, la porosité du sol paraît avoir diminué de manière globale 24h après apport d'eau fertilisée, ainsi que pour chaque classe de diamètre de pores. L'apport d'eau semble avoir également diminué globalement la surface de contact de la porosité.

Le chapitre suivant explore spécifiquement les relations entre les émissions de N_2O et la structure du sol, caractéristiques de la campagne de terrain et de l'expérimentation en laboratoire.

Chapitre 5 : étude des relations entre les émissions de N_2O, la structure du sol et les autres facteurs proximaux

1. Objectifs

L'objectif des chapitres 3 et 4 était d'une part d'étudier les émissions de N_2O en relation avec certains facteurs proximaux, indépendamment de la structure du sol, et d'autre part de caractériser la structure du sol sur les placettes étudiées. Ce chapitre a pour but de coupler les deux approches afin de préciser le rôle de la structure du sol à plusieurs échelles, en relation avec les facteurs proximaux étudiés, dans le déterminisme des émissions de N_2O.

En premier lieu sont analysées les relations entre les émissions de N_2O mesurées *in situ* à la fast-box, les indicateurs structuraux calculés aux deux échelles considérées, les paramètres de transfert gazeux et les facteurs proximaux. Puis, les résultats issus de la phase de laboratoire sont analysés afin de déterminer l'influence de la macrostructure du sol sur les émissions de N_2O après un apport d'eau fertilisée.

2. Influence des paramètres décrivant la structure du sol sur les flux de N_2O mesurés à la parcelle

Le Tableau 21 et le Tableau 22 résument l'ensemble des valeurs associées aux indicateurs structuraux et aux paramètres de transfert gazeux, caractéristiques de la structure du sol lors de la campagne de terrain. Dans ce chapitre, l'emploi du terme « structure du sol » fait référence aux indicateurs structuraux mesurés quantitativement par imagerie 3D, ainsi qu'aux paramètres de transfert gazeux proxys de la structure du sol (perméabilité à l'air et diffusivité relative des gaz). Les indicateurs structuraux ont été calculés par imagerie 3D à l'échelle de la mésostructure (30-75 µm)[46] et de la macrostructure (> 290 µm), et les paramètres de transfert gazeux ont été mesurés au laboratoire Agroscope.

Tableau 21 : Statistiques descriptives des indicateurs structuraux et des paramètres de transfert gazeux, caractéristiques de la structure du sol prélevée lors la campagne de terrain (n = 24).

Paramètre (n=24)	Minimum	Médiane	Maximum
N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	4.46	27.4	333
Mésoporosité (%)	0.19	0.56	1.01
Macroporosité (%)	0.178	2.36	10.4
Surface spécifique mésoporosité (m2.m-3)	0.15	0.448	0.827
Surface spécifique macroporosité (m2.m-3)	0.00618	0.0662	0.22
Densité d'Euler (mm-3; résolution = 290 µm)	0.000133	0.000677	0.0026
Densité d'Euler (mm-3 ; résolution = 15 µm)	-0.184	1.43	2.46
Diffusivité relative des gaz	0.00281	0.0293	0.0773
Perméabilité à l'air (µm²)	1.35	13.5	105
Masse volumique (g.cm-3)	1.21	1.35	1.49
Id POM Air terrain (µm ; résolution = 290 µm)	575	1450	9070
Id POM Air terrain (µm ; résolution = 15 µm)	0.105	14.1	169

[46] Excepté pour la densité d'Euler et l'indice $Id_{\text{POM air}}$, calculés à la résolution des images 3D acquises à l'ISTO, soit 15 µm.

Tableau 22 : Liste des valeurs brutes des indicateurs structuraux et des paramètres de transfert gazeux pour chacune des 24 placettes d'intérêt, caractéristiques de la structure du sol prélevée lors la campagne de terrain.

Placettes	Émissions N2O terrain (g N N2O/ha/jour)	Méso-porosité (%)	Macro-porosité (%)	Surface spécifique méso (m2.m-3)	Surface spécifique macro (m2.m-3)	Densité Euler (mm-3) (290_µm)	Densité Euler (mm-3) (15_µm)	Diffusivité relative	Perméabilité à l'air (µm²)	Masse volumique (g.cm-3)	Id_POMair terrain (µm) (290_µm)	Id_POMair terrain (µm) (15_µm)
Lnt11	20	0.70	6.6	0.57	0.22	0.0026	0.821	0.042	37	1.31	815	10
Lnt15	24	0.58	3.9	0.51	0.11	0.0014	0.176	0.047	38	1.32	1334	16
Lnt16	22	0.89	5.5	0.73	0.17	0.0016	0.593	0.077	105	1.21	1169	14
Lnt18	4	1.01	6.7	0.83	0.14	0.0011	0.108	0.051	36	1.29	1355	6
Lnt19	7	0.94	4.3	0.79	0.13	0.0019	-0.184	0.032	18	1.29	1177	44
Lnt2	6	0.86	5.5	0.71	0.16	0.0022	-0.004	0.041	102	1.29	875	0
Lt10	53	0.51	1.9	0.42	0.07	0.0013	2.387	0.005	4	1.40	1538	74
Lt12	19	0.62	1.8	0.49	0.04	0.0004	1.451	0.029	7	1.38	1974	7
Lt18	92	0.19	0.2	0.15	0.01	0.0002	0.984	0.005	4	1.45	6721	19
Lt19	121	0.35	0.2	0.28	0.01	0.0002	2.358	0.011	6	1.35	9071	11
Lt2	11	0.49	2.4	0.41	0.08	0.0013	1.417	0.054	9	1.39	1196	46
Lt8	11	0.55	3.7	0.44	0.06	0.0007	2.147	0.064	48	1.24	2137	2
Snt11	333	0.48	1.9	0.36	0.05	0.0007	1.898	0.011	4	1.49	1566	14
Snt2	10	0.85	2.3	0.62	0.07	0.0003	2.306	0.032	20	1.35	829	7
Snt20	200	0.40	1.1	0.31	0.03	0.0004	1.030	0.019	27	1.38	2612	24
Snt3	34	0.98	1.1	0.77	0.03	0.0006	1.107	0.029	23	1.34	2773	16
Snt5	9	0.53	10.4	0.42	0.21	0.0003	1.563	0.008	4	1.41	575	20
Snt6	115	0.57	4.9	0.44	0.08	0.0001	1.344	0.008	3	1.43	673	14
St11	106	0.49	1.4	0.37	0.04	0.0006	1.582	0.003	1	1.43	2205	169
St14	27	0.72	3.9	0.55	0.10	0.0010	1.467	0.008	6	1.36	1246	1
St15	33	0.42	1.4	0.33	0.04	0.0006	1.488	0.032	69	1.22	1788	78
St16	28	0.75	3.3	0.58	0.08	0.0006	2.457	0.048	22	1.25	983	0
St3	89	0.55	1.1	0.45	0.03	0.0009	0.785	0.006	3	1.42	2322	25
St8	82	0.36	0.7	0.29	0.02	0.0007	1.483	0.014	3	1.42	3744	11

2.1. Représentation graphique globale du jeu de données

Des diagrammes radars, dans lesquels sont projetés l'ensemble des facteurs environnementaux analysés, sont présentés en Figure 67 pour les six placettes dont les émissions de N_2O étaient respectivement les plus faibles et les plus fortes sur le terrain.

Concernant les 6 placettes dont les émissions de N_2O sont les plus **faibles** (Figure 67.a), on observe que pour toutes les placettes (excepté Lt2), la porosité et la surface spécifique sont relativement élevées, soit à l'échelle de la mésostructure, soit à l'échelle de la macrostructure. De même, toutes les placettes (excepté Snt5) présentent des valeurs de diffusivité relative supérieures à la moyenne du jeu de données (zone grisée), ou bien situées sur la moyenne.

La connectivité calculée à l'échelle de la macrostructure (densité d'Euler à la résolution de 290 µm) est faible pour certaines placettes à émissions faibles (fortes valeurs de densité d'Euler), excepté pour Snt2 et Snt5. Les valeurs de densité d'Euler calculées à une résolution de 290 µm sont par ailleurs toujours positives (Tableau 22), ce qui signifie que la connectivité est toujours faible quelle que soit la placette. En revanche, la connectivité calculée à l'échelle de la microstructure (densité d'Euler à la résolution de 15 µm) est très variable, respectivement élevée pour les placettes Lnt2, Lnt18, Lnt19 (faibles valeurs de densité d'Euler), et faible pour les placettes Lt2, Snt2 et Snt5.

Les valeurs de l'indice $Id_{\text{POM air}}$, calculées à l'échelle de la méso et de la macrostructure, sont faibles également. Concernant l'azote minéral (NO_3^- et NH_4^+) ainsi que le carbone et l'azote total, les tendances sont variables car la placette Snt5 présente de hautes valeurs,

contrairement à Lt2 et Snt2. Les tendances sont également variables concernant la température du sol et le WFPS : les placettes Lt2 et Snt5 présentent une forte température du sol et un fort WFPS, contrairement aux placettes Snt2, Lnt2, Lnt18 et Lnt19.

Concernant les 6 placettes dont les émissions sont les plus **fortes** (Figure 67.b), toutes les placettes, excepté Snt6, possèdent de faibles valeurs de porosité et de surface spécifique à l'échelle méso et macro, ainsi que de fortes connectivités à l'échelle de la macrostructure (290 µm), et de faibles connectivités à l'échelle de la microstructure (15 µm). La diffusivité relative et la perméabilité à l'air sont également faibles, excepté pour St11 qui présente une perméabilité à l'air élevée. Les valeurs de l'indice $Id_{\text{POM air}}$ sont élevées pour Lt18, Lt19 et St11. Concernant les nitrates, les placettes Snt6, Snt11, Snt20 et St11 possèdent des valeurs élevées. De même les placettes Snt20 et St11 possèdent de fortes valeurs en carbone, en azote total et en pH, ce qui n'est pas le cas pour les autres placettes.

La projection des données sous la forme de diagramme radar permet de mettre en lumière le fait que le sol des placettes d'intérêt, dont les émissions de N_2O sont respectivement les plus faibles ou les plus fortes, ne présentent pas les mêmes caractéristiques. Aucune des placettes, dont les émissions sont les plus faibles, ne présente de valeurs très basses de porosité, de surface spécifique et de paramètres de transfert gazeux, excepté pour les valeurs de l'indice $Id_{\text{POM air}}$. Toutefois le WFPS, la température du sol et la teneur en azote minéral sont variables. Concernant les placettes à émissions fortes, le constat inverse est observé : aucune de ces placettes ne présente de porosité, de surface spécifique ni de paramètres de transfert gazeux dont les valeurs sont très élevées, par rapport à l'ensemble du jeu de données, excepté pour les valeurs de l'indice $Id_{\text{POM air}}$.



Figure 67 : Parmi les 24 placettes d'intérêt, projection sous forme de diagramme radar de l'intégralité des facteurs environnementaux étudiés (a) sur les 6 placettes à émissions de N_2O les plus *faibles*, et (b) sur les 6 placettes à émissions de N_2O les plus *fortes*. Chacun des facteurs a été normalisé de 0 à 1 (avec n = 24), afin de pouvoir être projeté sur un seul et même plan. Pour chaque facteur, le profil de la placette d'intérêt en question peut ainsi être comparé au profil moyen calculé pour l'ensemble du jeu de données, matérialisé par la zone grise.

2.2. Relations entre les flux de N_2O et l'ensemble des facteurs analysés

Une ACP a été réalisée sur l'ensemble des facteurs analysés susceptibles d'influencer les émissions de N_2O (Figure 68), soit les indicateurs structuraux et les paramètres de transfert gazeux étudiés ainsi que les facteurs proximaux (liste en Tableau 8 du chapitre 3).

Certaines variables ont été retirées de l'analyse (température du sol, densité d'Euler à 15 µm et 290 µm, POM, NH_4^+, pH, sables), car présentant des vecteurs qui ont été détectés comme étant trop éloignés du cercle des corrélations (annexe 19). *In fine*, le cercle des corrélations final (Figure 68) contient 24 individus pour 14 variables. Seuls les deux premiers axes factoriels ont été retenus, car ils expliquent 74 % de la variabilité totale du jeu de données.

La variation du premier plan factoriel est due à la fois aux émissions de N_2O et aux paramètres décrivant la structure du sol (porosité méso et macro, surface spécifique méso et macro, diffusivité relative et perméabilité à l'air, WFPS), leurs vecteurs étant situés proches de l'axe 1. Les indicateurs structuraux étudiés et les paramètres de transfert gazeux sont anticorrélés aux émissions de N_2O, contrairement au WFPS (Figure 68 et coordonnées des variables de l'ACP en Tableau 23).

L'azote total, le carbone total, la CEC, la teneur en argiles et en nitrates sont des variables corrélées entre elles. Ces dernières sont principalement responsables de la variation du deuxième plan factoriel, au vu de leurs coordonnées fortement positives caractérisant le deuxième plan (Tableau 23). Les limons expliquent également la variation de l'axe 2, et sont anticorrélés avec l'azote et le carbone total, la CEC, la teneur en argiles et en nitrates.

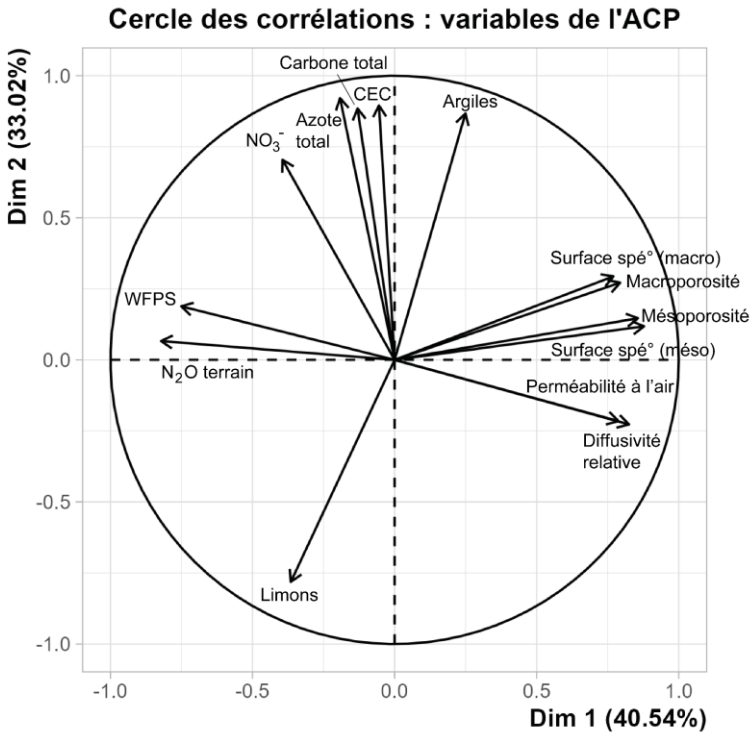


Figure 68 : ACP : projection de l'ensemble des facteurs environnementaux analysés (facteurs proximaux, indicateurs structuraux et paramètres de transfert gazeux) sur le cercle des corrélations, dont les vecteurs étaient suffisamment proches du cercle des corrélations. Les deux premiers plans factoriels sont analysés.

Tableau 23 : Coordonnées des variables actives sur les deux premiers plans factoriels de l'ACP, valeurs propres et pourcentage de la variance totale.

Paramètre	Dimension 1	Dimension 2
N2O terrain (g N-N2O/ha/jour)	-0.82	0.07
Mésoporosité (%)	0.86	0.15
Macroporosité (%)	0.77	0.29
Surface spécifique mésoporosité (m^2.m-3)	0.88	0.12
Surface spécifique macroporosité° (m^2.m-3)	0.79	0.27
Diffusivité relative des gaz	0.83	-0.23
Perméabilité à l'air (μm^2)	0.79	-0.22
WFPS (%)	-0.75	0.19
Carbone total (g/kg)	-0.13	0.88
Azote total (g/kg)	-0.19	0.92
NO3- (mg N/kg)	-0.39	0.70
CEC effective (cmol+/kg)	-0.06	0.89
Argile (0-0.002 mm, g/kg)	0.25	0.87
Limon (0.002-0.05 mm, g/kg)	-0.37	-0.78
Eigenvalue	5.7	4.6
Pourcentage variance totale (%)	40.5	33.00
Pourcentage cumulé variance totale (%)	40.5	73.55

Une matrice de corrélation de Spearman a été réalisée (Figure 69), liant les émissions de N_2O mesurées sur le terrain avec l'ensemble des facteurs analysés. Il apparaît que certains indicateurs structuraux étudiés (mésoporosité et surface spécifique associée, macroporosité et surface spécifique associée, densité d'Euler calculée à 290 µm) ainsi que les paramètres de transfert gazeux (diffusivité relative et perméabilité à l'air) sont les facteurs les plus anticorrélés aux émissions de N_2O. Inversement, l'indice $Id_{POM\text{-}air}$ (résolution : 290 µm), la densité d'Euler calculée à 15 µm, la masse volumique, le WFPS, la température du sol et la teneur en nitrates sont les facteurs les plus corrélés aux émissions de N_2O.

L'observation principale est que les émissions de N_2O, mesurées sur le terrain, sont plus fortement liées avec les indicateurs structuraux et les paramètres de transfert gazeux qu'avec le WFPS, la température du sol et la teneur en nitrates. À ce stade, une question se pose : dans quelle mesure les placettes à émissions faibles ont une structure du sol différente des placettes à émissions fortes ?

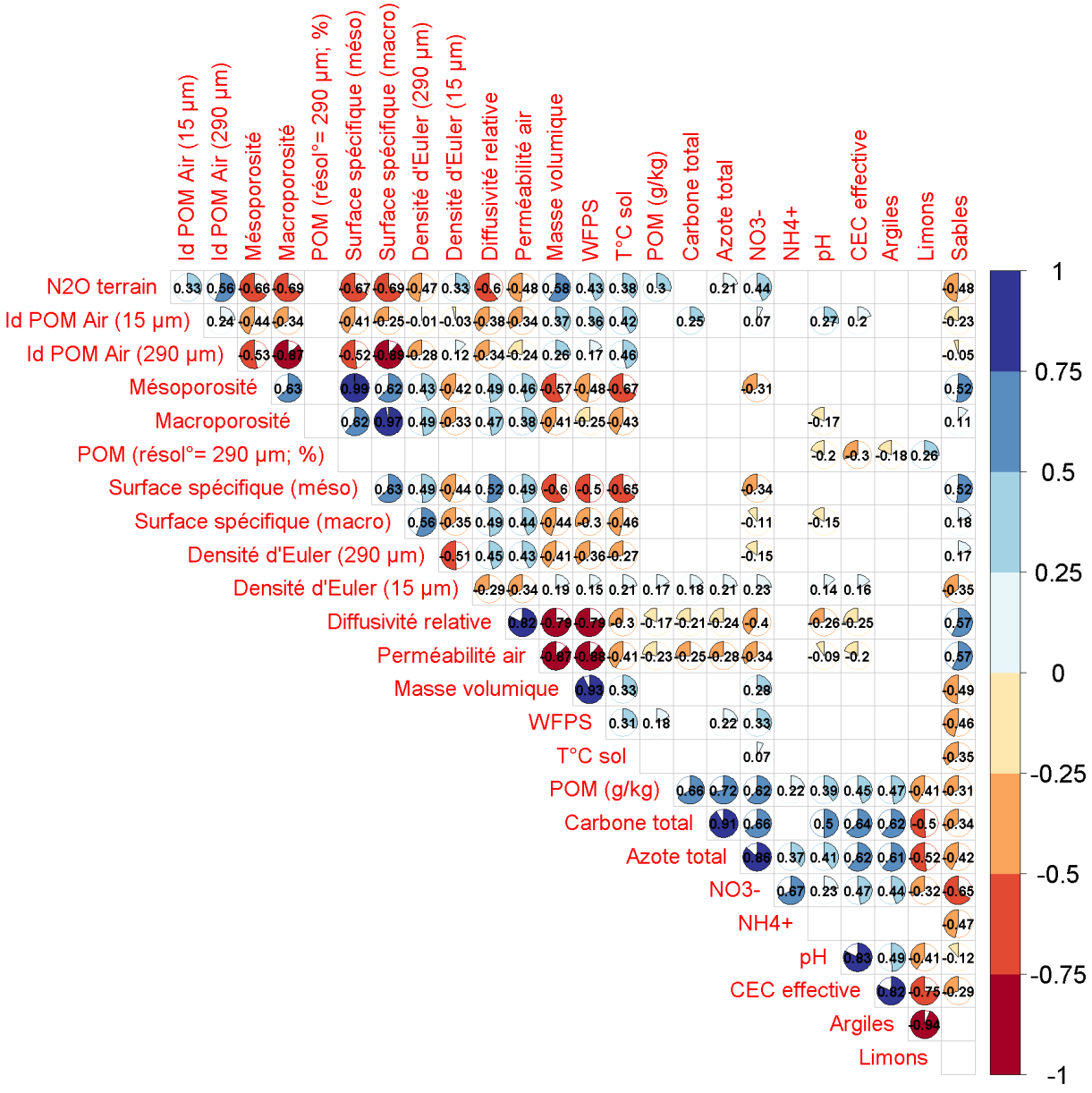


Figure 69 : Matrice de corrélation de Spearman (n = 24) décrivant les relations entre les émissions de N_2O mesurées sur le terrain et l'ensemble des facteurs environnementaux analysés. Les unités de chaque variable sont disponibles dans le Tableau 8 du chapitre 3 et dans le Tableau 21 du chapitre 5. Les POM mesurées en % représentent le volume calculé par imagerie des matières organiques particulaires, représentatif de la macrostructure (290 µm) lors de la campagne de terrain. Les POM exprimées en $g.kg^{-1}$ ont été mesurées par le laboratoire SADEF.

2.3. Distribution de la taille des pores en lien avec les placettes à émissions faibles et fortes

La distribution de la taille des pores a été calculée sur les images 3D acquises à l'ISTO et à PIXANIM, à l'échelle de la mésostructure (Figure 70.a) et de la macrostructure (Figure 70.b) caractéristiques de la campagne de terrain.

Quelle que soit l'échelle d'étude, on observe que les placettes à émissions faibles présentent un volume poreux plus grand que les placettes à émissions fortes, pour l'ensemble des classes de diamètres de pores analysées.

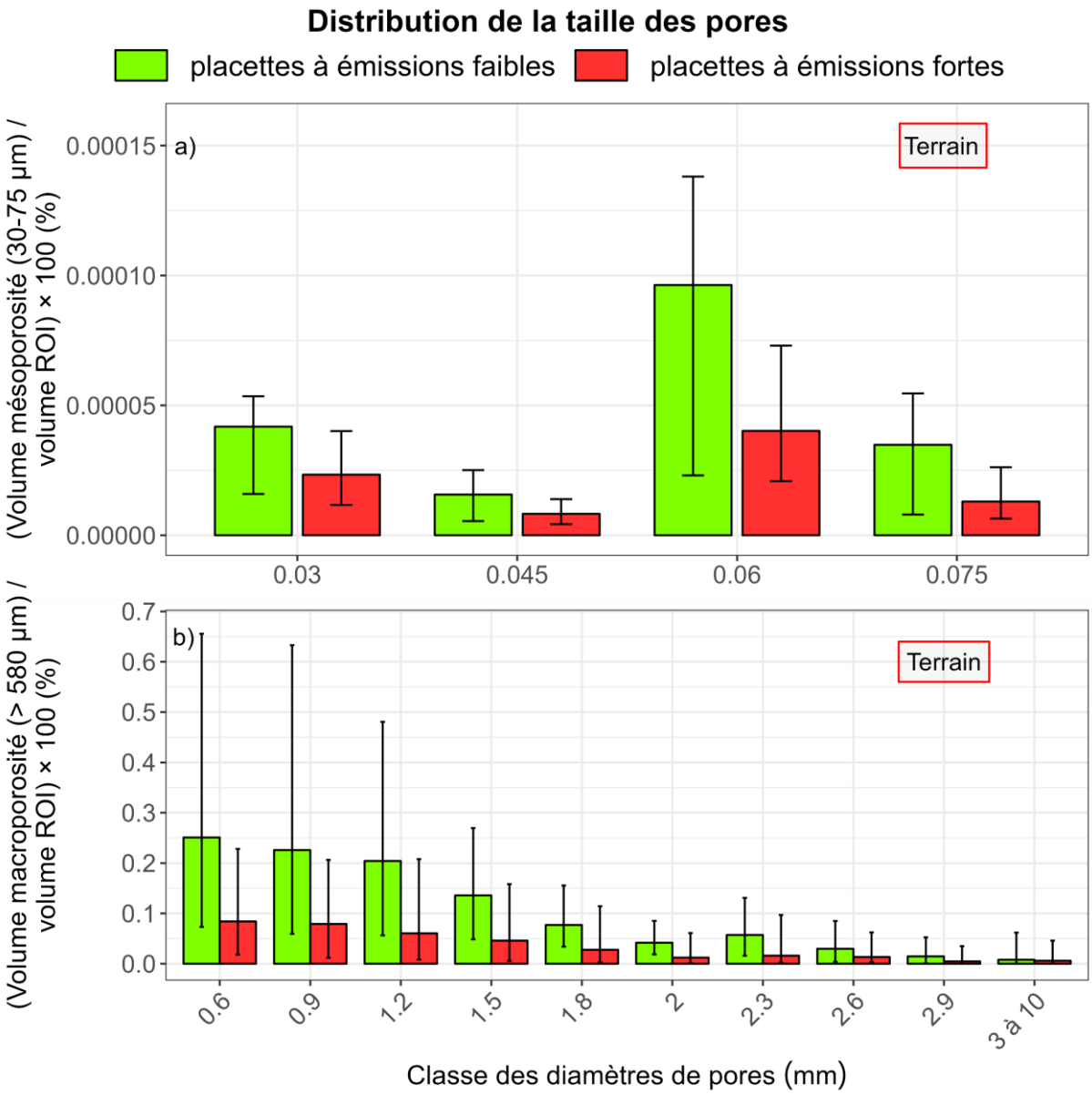


Figure 70 : Pour les placettes à émissions faibles et fortes, distribution de la taille des pores de la mésostructure (a) et la macrostructure (b) du sol lors de la campagne de terrain. Concernant l'échelle des ordonnées des graphiques, le volume de la porosité et de la ROI sont en mm³. L'histogramme est construit grâce aux médianes, et les barres d'erreurs représentent les valeurs minimums et maximums.

2.4. *Comparaison des paramètres décrivant la structure du sol au sein des placettes à émissions faibles et fortes*

Pour chaque indicateur structural étudié, des comparaisons sous la forme de boxplots ont été réalisées entre les échantillons *placettes à émissions faibles* (n = 15) et *placettes à émissions fortes* (n = 9) (Figure 71).

Pour la porosité et la surface spécifique à l'échelle méso et macro, la densité d'Euler calculée à l'échelle de la macrostructure (résolution de 290 µm), la diffusivité relative et la perméabilité à l'air, l'échantillon *placettes à émissions faibles* présente une médiane plus élevée, ainsi qu'une distribution vers de plus hautes valeurs que l'échantillon *placettes à émissions fortes*. La différence entre les deux échantillons est significative pour tous les indicateurs structuraux

et les paramètres de transfert gazeux cités (tests de Mann-Whitney réalisés), excepté pour la densité d'Euler à 290 µm de résolution (p-value de 0.06). Par ailleurs, la différence statistique entre les deux échantillons est très marquée concernant la diffusivité relative et la perméabilité à l'air.

La tendance inverse est observée pour la masse volumique et l'indice $Id_{POM\text{-}air}$ calculé à 15 µm et 290 µm de résolution : l'échantillon *placettes à émissions fortes* présente une médiane plus élevée, ainsi qu'une distribution vers de plus hautes valeurs que l'échantillon *placettes à émissions faibles*. Les deux échantillons sont statistiquement différents concernant la masse volumique[47] et l'indice $Id_{POM\text{-}air}$ calculé à la résolution de 290 µm.

Concernant la densité d'Euler calculée à la résolution de 15 µm, aucune tendance particulière ne se dégage de la comparaison entre les *placettes à émissions faibles* et les *placettes à émissions fortes* (annexe 17).

L'ensemble des paramètres décrivant la structure du sol sont, au regard de ces observations, nettement ordonnés selon la stratification *placettes à émissions faibles* et *placettes à émissions fortes*. Comment sont caractérisées les relations deux à deux entre les émissions de N_2O mesurées sur le terrain et les paramètres décrivant la structure du sol ?

47 Concernant la porosité totale obtenue grâce aux valeurs de masse volumique, la comparaison entre les placettes à émissions faibles et fortes est disponible en annexe 16.

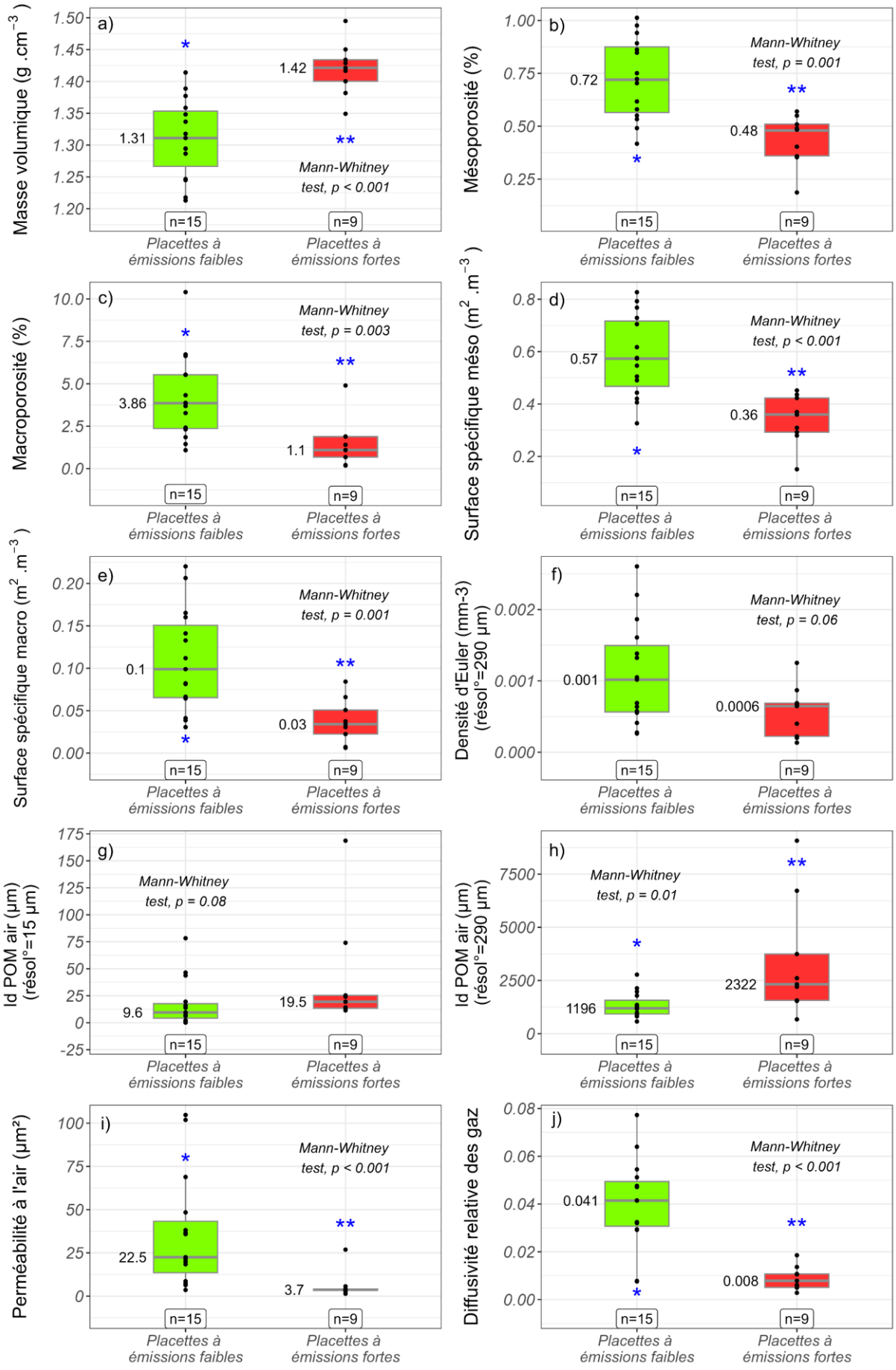


Figure 71 : Pour l'ensemble des paramètres décrivant la structure du sol, comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). Le test de Mann-Whitney a été réalisé, et une différence significative

a été détectée entre les deux échantillons dans la plupart des cas (excepté pour la connectivité macro (f), ainsi que l'indice *Id* $_{POM\ air}$ à l'échelle micro (g).

2.5. Analyse des relations deux à deux entre les paramètres décrivant la structure du sol et les flux de N_2O mesurés à la parcelle : mise en évidence d'effets seuil

Les paramètres décrivant la structure du sol ont été projetés, sous forme de nuages de points, en fonction des émissions de N_2O observées sur le terrain (Figure 72).

Un effet seuil est observé pour la porosité et la surface spécifique à l'échelle méso et macro, la perméabilité à l'air et la diffusivité relative : plus les valeurs de ces paramètres sont faibles, plus les émissions de N_2O sont élevées sur la plupart des placettes, à quelques exceptions près. Au contraire, les placettes à émissions faibles sont susceptibles de présenter de larges gammes de porosité, surface spécifique, connectivité macro, perméabilité à l'air et diffusivité relative. Un effet seuil est également observé pour la masse volumique : les fortes émissions de N_2O sont observées seulement pour des placettes où la masse volumique est élevée.

En revanche, aucune tendance particulière n'est observée concernant la relation entre l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ aux deux résolutions scannées (15 µm et 290 µm, soit la micro et la macrostructure) et les flux de N_2O mesurés sur le terrain. Enfin, les tendances observées sont contradictoires concernant la densité d'Euler respectivement calculée à 15 µm et à 290 µm de résolution :

- Pour la densité d'Euler calculée à 15 µm de résolution, une valeur seuil pourrait être fixée à **0.8** mm^{-3}, au-dessus de laquelle certaines placettes présentent de fortes émissions de N_2O.
- Pour la densité d'Euler calculée à 290 µm de résolution, une valeur seuil pourrait être fixée à **0.0009** mm^{-3}, en dessous de laquelle certaines placettes présentent de fortes émissions de N_2O.

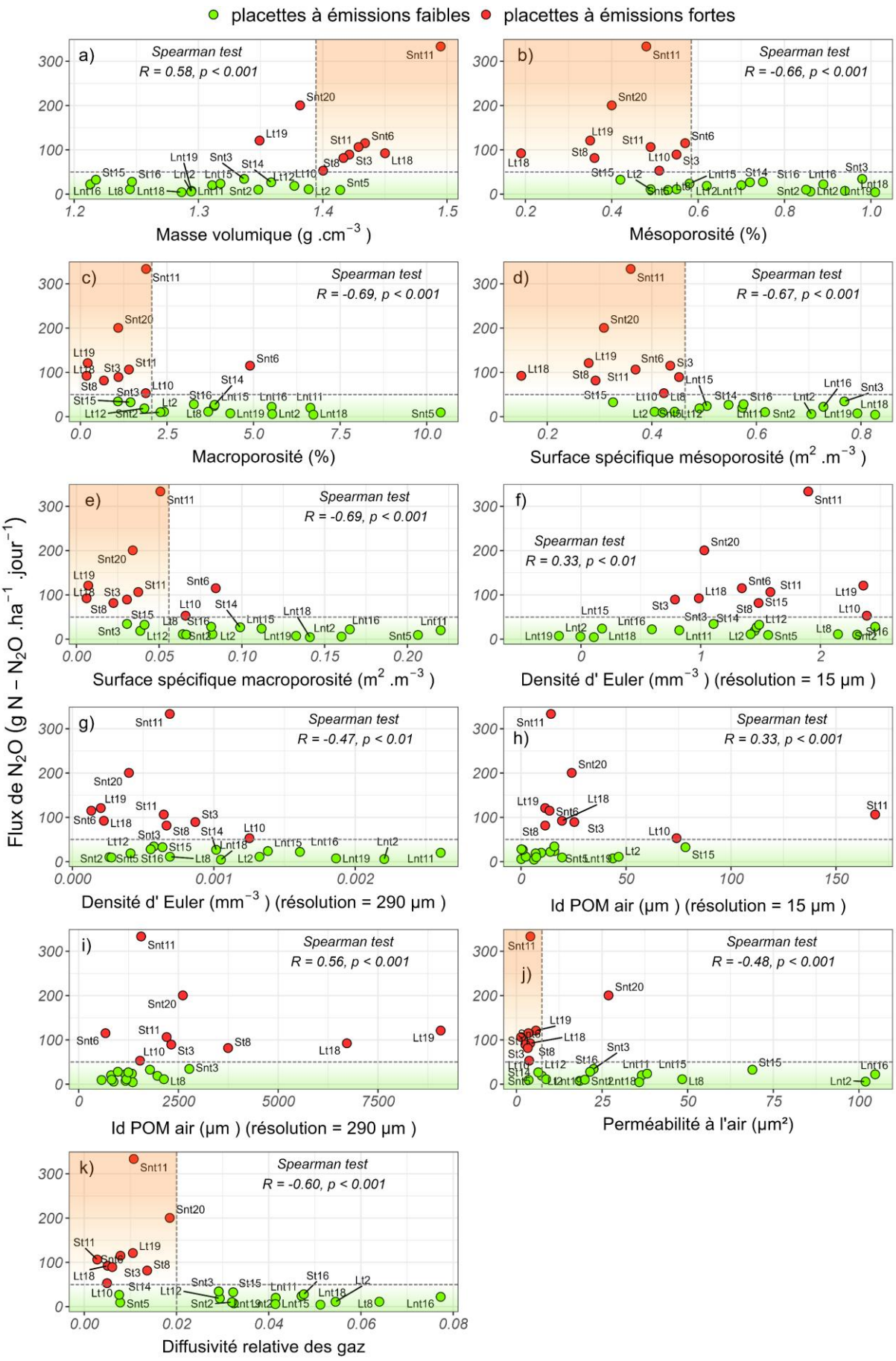


Figure 72 : Pour les 24 placettes d'intérêt, nuages de points décrivant l'ensemble des paramètres décrivant la structure du sol, en fonction des émissions de N_2O mesurées lors de la campagne de terrain.

2.6. Synthèse générale de l'ensemble des liens observés entre les émissions de N_2O, les paramètres décrivant la structure du sol et les facteurs proximaux les plus pertinents

Le Tableau 24 récapitule les relations les plus pertinentes observées entre les flux de N_2O mesurés sur le terrain, les indicateurs structuraux calculés par imagerie, les paramètres de transfert gazeux étudiés et les facteurs proximaux précédemment mis en lumière dans le chapitre 3 (WFPS, NO_3^- et température du sol). Tous ces facteurs décrivent l'état du sol à l'instant t, lors de la campagne de mesure des émissions de N_2O durant le pic d'émissions printanier sur le secteur d'OS[2].

Tableau 24 : Tableau synthétique des résultats les plus pertinents, issus de la Figure 70, Figure 71, Figure 72, et de la Figure 47 et Figure 48 du chapitre 3.

Paramètre considéré (n = 24)	**Variation qualitative** entre les placettes à émissions de N_2O constrastées		**Sens de la relation avec flux de N_2O terrain** *(Rho de Spearman)*	**Valeur seuil observée** en dessous, ou bien au dessus de laquelle les émissions de N_2O sont fortes
	Placettes à émissions faibles	Placettes à émissions fortes		
Indicateurs structuraux issus du traitement d'images 3D (plateforme PIXANIM & ISTO)				
Macroporosité (%)	+	-	Anticorrélé *(-0.69)*	< 2.3 %
Mésoporosité (%)	+	-	Anticorrélé *(-0.66)*	< 0.58 %
Surface spé° macro° ($m^2.m^{-3}$)	+	-	Anticorrélé *(-0.69)*	< 0.06 ($m^2.m^{-3}$)
Surface spé° méso° ($m^2.m^{-3}$)	+	-	Anticorrélé *(-0.67)*	< 0.46 ($m^2.m^{-3}$)
Densité d'Euler macro° (mm^{-3})	(+)	(-)	Anticorrélé *(-0.47)*	?
Volume classe diamètres pores (%)	(+)	(-)	/	/
Id POM Air terrain (µm ; résol° : 290 µm)	-	+	Corrélé *(0.56)*	/
Id POM Air terrain (µm ; résol° : 15 µm)	(-)	(+)	Corrélé *(0.33)*	/
Paramètres de transferts gazeux & masse volumique (intégrateurs de toutes les échelles d'étude)				
Diffusivité relative	+	-	Anticorrélé *(-0.60)*	< 0.02
Perméabilité à l'air (μm^2)	+	-	Anticorrélé *(-0.48)*	< 8.5 (μm^2)
Masse volumique ($g.cm^{-3}$)	-	+	Corrélé *(0.58)*	> 1.39 ($g.cm^{-3}$)
Facteurs proximaux (bien identifiés dans la littérature comme influençant les émissions de N_2O)				
WFPS (%)	-	+	Corrélé *(0.43)*	> 63 %
NO_3^- (mg $N.kg^{-1}$)	(-)	(+)	Corrélé *(0.44)*	/
Température sol (°C)	-	+	Corrélé *(0.38)*	/

Parenthèse : tendance non-étayée par un test de Mann-Whitney significatif à 0.05

2.7. Discussion

2.7.1. Lien entre chaque facteur analysé décrivant la structure du sol et les émissions de N_2O mesurées sur le terrain : comparaison des ordres de grandeur avec la littérature

En premier lieu, les ordres de grandeur des facteurs décrivant la structure du sol sont comparés avec la littérature, puis une interprétation des processus est proposée dans la partie suivante.

Diffusivité relative des gaz

L'intégralité des placettes à émissions fortes présentent des valeurs de diffusivité relative des gaz (DP/D0) situées en dessous de 0.02 (Figure 72.k). Cette observation est cohérente avec la littérature. En effet selon Stepniewski (1981)[48], une valeur de DP/D0 située entre 0.005 et 0.02 traduit le fait que le sol soit dans une situation anaérobie.

Balaine et al. (2013, 2016) ont déterminé un pic de leurs émissions de N_2O mesuré respectivement à des valeurs de DP/D0 de 0.006 et de 0.005. Ce pic d'émissions de N_2O, observé à une DP/D0 de 0.006, est également confirmé par Rousset et al. (2020). De plus, Rousset et al. (2022) avancent que l'augmentation des émissions de N_2O, lorsque la DP/D0 approche une valeur de 0.006, est valable pour plusieurs types de sol.

Dans le cadre de la thèse, aucun pic d'émissions de N_2O n'est observé à une valeur de DP/D0 située aux alentours de 0.006 (Figure 72.k) : nous pouvons simplement affirmer que certaines placettes de sol émettent des flux de N_2O élevés lorsque la diffusivité relative des gaz est située en dessous de 0.02. Il est important de remarquer que les auteurs précédemment cités ayant travaillé sur la diffusivité relative des gaz (Balaine et al., 2013, 2016; S. O. Petersen et al., 2013; Rousset et al., 2020, 2022) ont conduit des expérimentations en laboratoire, sur des cylindres reconstitués ou intacts ; les seuils de DP/D0, tels que la valeur de 0.006, ont été observés en faisant varier le potentiel matriciel grâce à des tables à succion. Dans le cadre de la thèse, les valeurs de DP/D0 ont été exclusivement mesurées à la teneur en eau caractérisant le sol lors de la campagne de terrain : cette approche a l'avantage de traduire la situation propre à chaque placette de sol, soit la teneur en eau susceptible d'influencer les émissions de N_2O à l'instant t.

Perméabilité à l'air

Concernant la perméabilité à l'air (K_a), la valeur seuil en dessous de laquelle les émissions de N_2O sont élevées est de 8.5 µm² (Figure 72.j). À notre connaissance, il n'y a pas de valeur seuil équivalente dans la littérature. De même, peu de travaux font le lien entre la mesure de la perméabilité à l'air et les émissions de N_2O, contrairement à la diffusivité relative des gaz. Cela pourrait venir du fait que l'advection n'est pas le processus de transfert gazeux principal dans

[48] Les valeurs seuils de DP/D0 fixées par Stepniewski (1981) ont été testées dans des travaux ultérieurs portant sur la diffusivité relative des gaz (Balaine et al., 2013; Petersen et al., 2013; Rousset et al., 2020, 2022).

le sol, en raison des gradients de pression souvent faibles (Calvet, 2003b; Clough et al., 2005; Heincke & Kaupenjohann, 1999; Velthof, Brader, et al., 1996).

Un sol présentant une valeur de K_a inférieure à 1 µm² est considéré comme imperméable (Martínez et al., 2016). Seule la placette St11 présente une telle valeur (Tableau 22). Cependant, de nombreuses autres placettes présentent des perméabilités à l'air dont les valeurs sont proches de 1. Selon la classification de Fish & Koppi (1994) à propos des vitesses de circulation de l'air dans le sol (annexe 23), 14 placettes sur les 24 échantillonnées présentent des valeurs de perméabilité à l'air classées comme « très lentes » (< 20 µm²), ce que l'on observe dans le Tableau 22. Presque toutes les *placettes à émissions fortes* sont donc classées dans cette catégorie. En revanche, 5 des 6 placettes de sol situées en *labour non-tassé* présentent des valeurs de K_a comprises dans les classes « lentes » ou bien « modérées » voire « rapides ».

Masse volumique et porosité

Concernant la masse volumique, l'intensité des émissions augmente pour la plupart des placettes lorsque les valeurs de masse volumiques sont élevées (Figure 72.a & Tableau 24). Cette relation positive entre les émissions de N_2O et la masse volumique a déjà été observée dans d'autres travaux, qui concernaient la mesure des émissions de GES en lien avec tassement du sol (Beare et al., 2009; Van Groenigen et al., 2005; Yamulki & Jarvis, 2002). De plus, Balaine et al. (2016) et Rousset et al. (2020) ont observé que la diffusivité relative diminue lorsque la masse volumique augmente, ce qui est cohérent avec nos observations (Figure 72).

À propos de la porosité mesurée par imagerie, aucune étude à notre connaissance ne propose de valeurs seuils en dessous desquelles les émissions de N_2O observées sur le terrain sont élevées, que ce soit pour la méso ou la macroporosité (Figure 72.b, Figure 72.c & Tableau 24). Par ailleurs, la porosité totale (calculée grâce aux valeurs de masse volumique) suit la même tendance que pour la porosité calculée par imagerie aux deux échelles considérées : plus la porosité totale est faible, plus les émissions de N_2O sont fortes (annexe 16 & annexe 18).

L'observation d'une réduction du volume de pores libres à l'air aboutissant à de fortes émissions de N_2O a déjà été décrit dans la littérature. Ball et al. (1999) ont travaillé sur la dynamique temporelle des flux de N_2O, mesurés au champ, en relation avec deux pratiques agricoles (labour et semis direct). Les auteurs ont montré que lorsqu'il y avait une période de fortes émissions de N_2O mesurées dans une parcelle non-labourée, ces flux élevés étaient associés à une réduction conjointe de la diffusivité relative et de la porosité libre à l'air, causée par de fortes précipitations. Dans leur expérimentation, Balaine et al. (2013) ont saturé progressivement des cylindres reconstitués en laboratoire, en parallèle d'une mesure de la diffusivité relative et de la porosité libre à l'air. Les auteurs ont déterminé que les émissions de N_2O mesurées augmentaient au fur et à mesure que la porosité libre à l'air diminuait.

Surface spécifique

À notre connaissance, il n'y a pas d'étude liant la surface spécifique à la variabilité spatiale des émissions de N_2O, en dehors de certains travaux qui font le lien entre la surface spécifique

élevée des biochars[49] et l'atténuation des émissions de N_2O grâce à l'amendement de ces derniers (Borchard et al., 2019; Case et al., 2012; Cayuela et al., 2013, 2014). Cependant, aucune publication n'a été trouvée proposant une valeur seuil de surface spécifique, calculée par imagerie 3D, en dessous de laquelle les émissions de N_2O mesurées à la parcelle sont élevées.

Connectivité des pores

À propos de la densité d'Euler, certains auteurs ont exploré la relation entre le nombre d'Euler et les émissions de N_2O (Du et al., 2023; Rabot, Lacoste, et al., 2015). En revanche, seuls quelques auteurs ont utilisé la métrique de la densité d'Euler, sur des problématiques éloignées de la production de GES (Bucka et al., 2019; Koestel et al., 2020; Leuther & Schlüter, 2021) ; aucun article n'a été trouvé liant la densité d'Euler aux émissions de N_2O.

Les valeurs de densité d'Euler calculées à l'échelle de la macrostructure dans le cadre de la thèse (résolution de 290 µm) sont toutes positives, et très proches de zéro (Tableau 22 & Figure 72.g). Koestel et al. (2020) et Leuther & Schlüter (2021) ont respectivement déterminé une gamme de densité d'Euler bien plus large que la nôtre, allant de -2.5 à 0.25 mm^{-3} pour Koestel et al. (2020), et de -0.25 à 1.25 mm^{-3} dans les travaux de Leuther & Schlüter (2021). Par comparaison, nos valeurs se répartissent entre 0.000133 et 0.0026 mm^{-3} (Tableau 21).

Dans les travaux de Koestel et al. (2020) et de Leuther & Schlüter (2021), les auteurs ont utilisé le plugin *MorpholibJ* pour le calcul du nombre d'Euler, soit la même méthode utilisée dans le cadre de la thèse. Les résolutions d'images 3D obtenues étaient en revanche bien plus fines (290 µm pour cette étude à la plateforme PIXANIM, contre 80 µm pour Koestel et al., 2020, et 48 µm pour Leuther & Schlüter, 2021).

Enfin, les auteurs cités n'ont pas travaillé sur les mêmes dimensions de support que les cylindres scannés à la plateforme PIXANIM, de 132 mm de diamètre pour 70 mm de hauteur, soit 958 cm^3 (cylindres en aluminium de 65 mm de diamètre pour 60 mm de haut dans l'étude de Koestel et al., 2020, et cylindres de 250 cm^3 dans l'étude de Leuther & Schlüter, 2021). Ces considérations pourraient expliquer le fait que les mêmes ordres de grandeur ne soient pas observés dans la gamme des valeurs de densité d'Euler calculées par les auteurs, en comparaison avec celles calculées dans la thèse à la résolution de 290 µm.

En revanche les valeurs de densité d'Euler à 15 µm calculées dans le cadre de la thèse s'échelonnent entre -0.184 et 2.46 mm^{-3} (Tableau 21), soit un ordre de grandeur similaire aux densité d'Euler calculées dans l'étude de Leuther & Schlüter (2021).

Id **POM air**

Enfin concernant l'indice *Id* POM air, le seul papier de référence est celui d'Ortega-Ramírez et al. (2023)[50], avec une résolution d'images de 32 µm. La gamme des valeurs d'*Id* POM air, calculées

[49] Les biochars sont des résidus végétaux issus de la pyrolyse, formés à haute température (> 550 °C) et dont la surface spécifique est supérieure à 400 $m^2.g^{-1}$ (Harter et al., 2014).

[50] Les auteurs ont mené une expérimentation en laboratoire d'une durée de 7 jours. Des cylindres de sol non-remaniés (50 mm de diamètre et 60 mm de hauteur) ont été fertilisés, équilibrés à un potentiel matriciel

sur les images acquises à l'ISTO à 15 µm de résolution ($Id_{\text{POM air}}$ de 0 à 170 µm, Tableau 21), est dans les mêmes ordres de grandeur que la gamme de valeurs d'$Id_{\text{POM air}}$ calculées par les auteurs ($Id_{\text{POM air}}$ de 100 à 275 µm). En revanche, les valeurs d'$Id_{\text{POM air}}$ calculées sur les images acquises à la plateforme PIXANIM avec 290 µm de résolution sont bien plus élevées (de 575 à 9070 µm, Tableau 21). Cet écart important entre les ordres de grandeur pourrait être causé par le fait que les cylindres de sol scannés à PIXANIM présentent un diamètre plus grand que les cylindres de sol scannés par Ortega-Ramírez et al. (2023). Il se pourrait également que l'écart des ordres de grandeur soit causé par les différences de résolution entre les images acquises à PIXANIM (résolution grossière), et les images acquises à l'ISTO ou par les auteurs (résolution plus fine).

2.7.2. Hypothèse sur le processus : schéma conceptuel

Les placettes à émissions faibles sont différentes des placettes à émissions fortes, en termes de facteurs proximaux, d'indicateurs structuraux et de paramètres de transfert gazeux. Ces différences, illustrées par les boxplots en Figure 47 (chapitre 3) et en Figure 71 de ce chapitre (différences étayées statistiquement pour la plupart des paramètres), ont été synthétisées sous la forme d'un schéma conceptuel proposé en Figure 73. Deux profils type d'horizons superficiels sont ainsi décrits, l'un émettant faiblement et l'autre fortement, caractérisant la parcelle étudiée durant le pic d'émissions printanier.

En termes de processus, les placettes à émissions fortes présentent des valeurs plus élevées de masse volumique, allant de pair avec une porosité plus faible (à l'échelle méso et macro), ainsi qu'une moins bonne capacité de transfert gazeux par diffusion ou advection que les placettes à émissions faibles. Cela est cohérent car comme démontré dans de nombreux travaux, la porosité à l'air est une composante principale des transferts gazeux, corrélée positivement avec la perméabilité à l'air et la diffusivité relative (Balaine et al., 2016; Deepagoda et al., 2011; Katuwal et al., 2015; Kawamoto et al., 2006; Naveed et al., 2014; Pulido-Moncada et al., 2022; Rousset et al., 2020, 2022). Les placettes à émissions de N_2O fortes présentent également une plus faible surface spécifique, donc une plus faible surface de contact entre l'air et les pores à l'échelle méso et macro, soit une plus petite capacité d'interaction et d'échanges gazeux entre l'atmosphère et la matrice du sol. Enfin les matières organiques particulaires, situées dans la matrice du sol des cylindres prélevés dans les placettes à émissions fortes, sont localisées plus loin des pores remplis d'air que dans les placettes à émissions faibles. Cela augmente la probabilité d'un déficit en oxygène lors de leur minéralisation.

Ces observations convergent dans un même sens : les conditions structurales caractérisant les placettes à émissions fortes sont susceptibles de favoriser une faible pression partielle en oxygène dans l'atmosphère du sol, notamment en raison d'une aptitude limitée à faire circuler l'O_2 dans un volume de pores restreint. Lorsque la pression partielle en oxygène devient faible voire nulle dans l'atmosphère du sol, le potentiel d'oxydo-réduction diminue. Suite à cela, une

équivalent à un WFPS supérieur à 60 % puis scannés à une résolution de 32 µm. En parallèle, les émissions de N_2O ont été mesurées durant 7 jours.

respiration microbienne anaérobie peut se mettre en place. Le phénomène de dénitrification sera donc favorisé, impliquant la consommation d'accepteurs d'électrons alternatifs à l'oxygène comme les oxydants azotés (Firestone & Davidson, 1989; Robertson & Groffman, 2015), conduisant *in fine* à une production de N_2O élevée (Husson, 2013; Li, 2007; Zumft, 1997).

Ces hypothèses sont également en cohérence avec l'interprétation des facteurs proximaux réalisée dans le chapitre 3 (sous-partie *Discussion : certains facteurs proximaux semblent contrôler l'intensité des flux de N2O au sein des placettes d'intérêt*). Les placettes à émissions fortes sont également plus favorables à la dénitrification que les placettes à émissions faibles, en raison d'un WFPS, d'une température du sol et d'une teneur en nitrates plus élevés. Ces facteurs proximaux sont, par ailleurs, probablement interdépendants et en partie contrôlés par la structure du sol. En effet, les températures plus élevées observées dans les placettes à émissions fortes (Figure 47, chapitre 3) pourraient être expliquées par des masses volumiques également plus élevées dans les placettes à fortes émissions (Figure 71). En effet plus un sol est dense, plus sa conductivité thermique sera élevée (Abu-Hamdeh & Reeder, 2000), donc plus ce dernier se réchauffera rapidement. Par ailleurs, les modalités *strip till tassé* et *labour tassé* du jeu de données présentent des températures plus élevées que les modalités non-tassées (Figure 30, chapitre 2).

L'ensemble des facteurs caractérisant les placettes à émissions fortes (structure du sol et/ou facteurs proximaux) sont susceptibles de favoriser la dénitrification, impliquant une production de N_2O élevée transférée *in fine* dans le réseau de pores du sol jusqu'à l'atmosphère. Il est à noter que l'ensemble des conditions environnementales, énoncées à côté des deux profils types de la Figure 73, ne sont pas systématiquement remplies pour chacune des placettes d'intérêt, le schéma conceptuel constituant la synthèse des tendances observées lors de l'analyse des résultats.

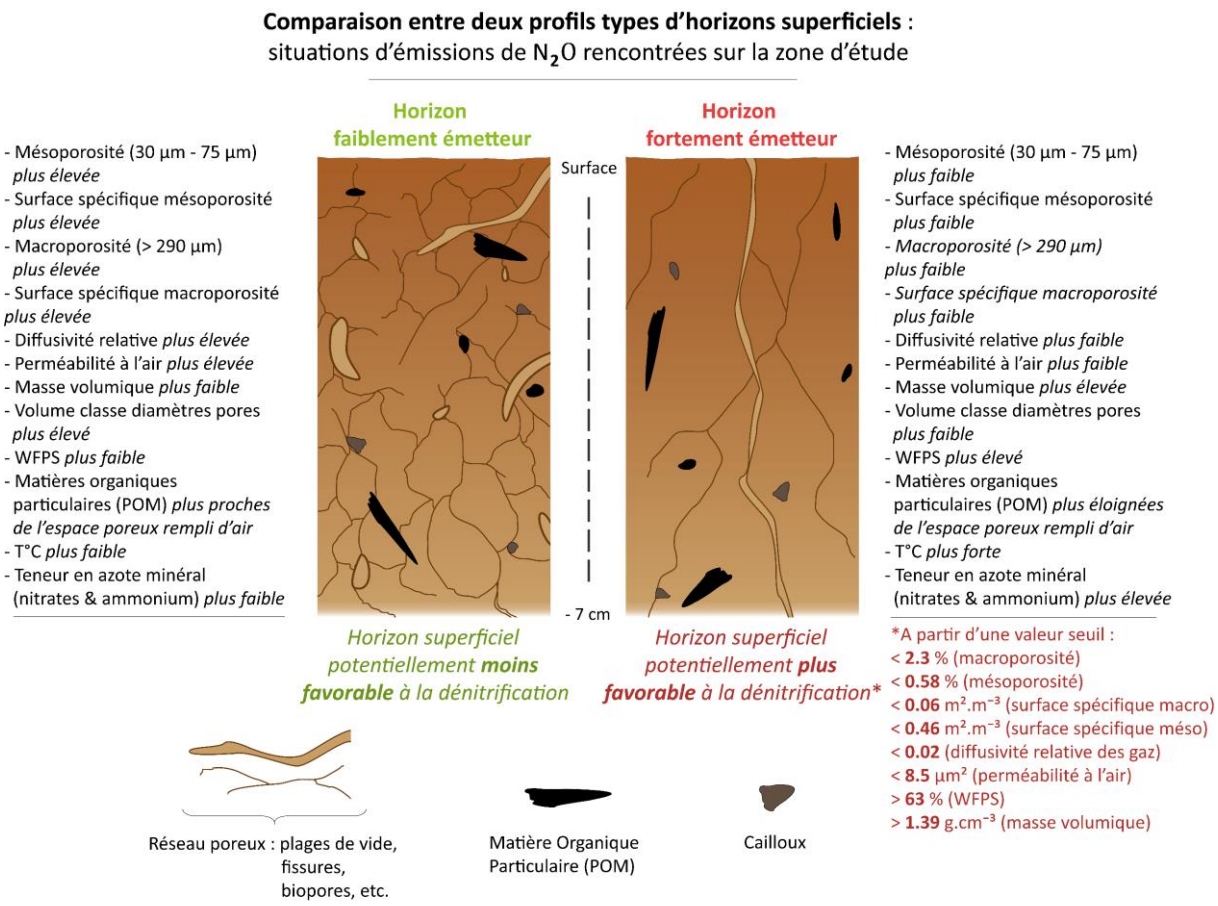


Figure 73 : Comparaison entre deux profils types d'horizons superficiels rencontrés sur le terrain, en relation avec les émissions de N_2O observées sur les placettes à émissions faibles ou fortes. Le schéma conceptuel a été construit grâce aux données synthétisées dans le Tableau 24. Les informations présentées doivent par conséquent être replacées dans un contexte pédoclimatique, de pic d'émissions printanier et de fertilisation particulier. L'ensemble des conditions listées à côté des deux profils ne sont pas systématiquement remplies pour chacune des placettes d'intérêt. Il est à noter que la connectivité n'est pas prise en compte dans la réalisation du schéma conceptuel, en raison de la tendance contradictoire observée entre les valeurs de densité d'Euler à la résolution de 15 µm et 290 µm (Figure 72).

2.7.3. Dans quelle mesure la structure du sol influence-t-elle la variabilité spatiale intraparcellaire des émissions ?

Les études sur la variabilité spatiale des émissions de N_2O à l'échelle intraparcellaire sont souvent peu conclusives sur les facteurs de contrôle (Grossel et al., 2014). De plus, peu d'études se sont intéressées à l'influence spécifique de la structure du sol sur les flux de N_2O.

Van den Heuvel et al. (2009) ont travaillé sur des flux de N_2O dans une zone riparienne[51]. Le but de l'étude était de comprendre la variabilité spatiale des émissions, à plusieurs échelles. Les auteurs ont échantillonné des placettes de sol dont l'intensité des émissions était variée. Afin de comprendre pourquoi certaines placettes de sol agissaient en tant que hotspot, des échantillons de sol mélangés à de l'eau ont été incubés. Il s'est avéré que la production de N_2O

[51] Les zones rippariennes, situées à l'interface entre le milieu terrestre et aquatique, sont connues pour agir en tant que puissantes sources de N_2O, en comparaison avec d'autres écosystèmes (van den Heuvel et al., 2009).

était similaire pour toutes les incubations, indépendamment de l'origine des sols, prélevés à la fois dans des zones à faibles et à fortes émissions. Les auteurs émettent l'hypothèse que certaines conditions environnementales, incluant des facteurs physiques comme la diffusion des gaz (non caractérisée dans l'étude), contrôlent potentiellement les taux d'émissions de N_2O, plutôt que la composition de la communauté microbienne.

À notre connaissance, deux publications seulement ont considéré des paramètres de transfert de gaz parmi les facteurs proximaux de contrôle de la variabilité spatiale des émissions de N_2O. Ball et al. (1997) ont réalisé une Partial Least Square regression (PLS) pour prédire les émissions de N_2O, en considérant de multiples variables environnementales dont la diffusivité relative et la perméabilité à l'air. Les auteurs ont mis en lumière une contribution de la perméabilité à l'air, au même titre que les nitrates, l'ammonium et la teneur en eau volumique, à la variabilité spatiale des émissions de N_2O observées.

Ball, Horgan, et al. (2008) ont effectué une étude spatialisée des émissions de N_2O en mesurant des flux à des distances très rapprochées (0.1 à 2 m) le long d'un transect, au moyen de chambres statiques, dans des parcelles respectivement tassées et non-tassées. Les auteurs ont réalisé une régression linéaire multiple. Aucune relation forte entre les variables environnementales testées et les flux de N_2O mesurés n'a été mise en lumière. En revanche, la régression sur les composantes principales (PCR) effectuée par les auteurs montre que les flux de N_2O augmentent lorsque les valeurs de perméabilité à l'air diminuent. La même observation a été également mise en évidence dans le cadre de la thèse (ACP en Figure 68 et matrice de Spearman en Figure 69).

Il est néanmoins nécessaire de pointer ici certaines limites méthodologiques liées au besoin de prélèvement. L'acquisition des indicateurs structuraux, des paramètres de transfert gazeux et des facteurs proximaux s'est effectuée dans l'horizon superficiel sous l'emprise au sol de la fast-box, à l'emplacement précis de la mesure du N_2O. Bien que des relations aient été observées entre les émissions de N_2O mesurées et les variables environnementales étudiées, la mesure du N_2O à la fast-box est intégratrice d'une surface plus grande que la surface de chaque cylindre de sol échantillonné, mais également d'une surface plus grande que la surface au sein de laquelle a été échantillonnée du sol en vrac. Or, la variabilité spatiale des émissions de N_2O est extrêmement élevée à tout type d'échelle, et encore plus élevée si la surface étudiée est petite. L'idéal aurait été de mesurer les émissions de N_2O pour chacun des échantillons de sol, de manière à ce que la mesure du N_2O corresponde à la surface prélevée. Cependant, il est impossible de mesurer toutes les variables environnementales sur les mêmes échantillons. Cela oblige à un compromis nécessaire entre :

- Une grande surface au sol investiguée par la fast-box, impliquant un lissage de la variabilité spatiale des flux de N_2O mais *a contrario* la possibilité de réaliser de nombreux échantillons de sol sous l'emprise au sol de la fast-box.
- Une petite surface au sol investiguée par la fast-box, impliquant une vision fine de la variabilité spatiale des flux de N_2O mais *a contrario* l'impossibilité d'étudier plusieurs variables environnementales en même temps. Or, l'étude du déterminisme des émissions de N_2O implique l'acquisition de nombreux facteurs environnementaux

différents, interdépendants les uns les autres à des degrés divers. Ne pas échantillonner certains de ces facteurs diminue par conséquent la puissance de l'analyse.

Par ailleurs afin d'accroître la puissance statistique des traitements, il aurait été intéressant de disposer d'un deuxième spectromètre à infrarouge de type SPIRIT durant la campagne de terrain, ce qui aurait permis de multiplier les mesures de N_2O à la fast-box. Cela impliquerait également plus de personnes présentes lors de la campagne de terrain pour réaliser l'échantillonnage des sols sur les placettes à émissions contrastées.

En conclusion de cette sous-partie, les résultats acquis dans le cadre de la thèse suggèrent que la structure du sol influence fortement les émissions de N_2O observées, ce qui est cohérent avec les travaux de Ball et al. (1997, 2008).

2.7.4. Quel paramètre décrivant la structure du sol est le plus pertinent pour décrire la variabilité spatiale des émissions de N_2O ?

Nos résultats suggèrent que la structure du sol contrôle en partie l'intensité des émissions de N_2O observées. Une question se pose : quel paramètre, décrivant la structure du sol (paramètre quantitatif acquis par imagerie, ou bien paramètre proxy de la structure via les transferts gazeux) est le plus pertinent et facile à acquérir pour décrire la variabilité spatiale des émissions de N_2O ?

Le paramètre de description de la structure le plus commun est la masse volumique. Cependant, la plupart des travaux sur le déterminisme des émissions de N_2O s'intéressent, en parallèle de la masse volumique, à d'autres facteurs environnementaux qui contrôlent la production et les émissions. L'un des plus importants est la teneur en eau massique, variable fondamentale et nécessaire au calcul du WFPS. L'étude de la masse volumique prise seule est donc réductrice en termes de compréhension du déterminisme des émissions de N_2O. Elle ne renseigne pas sur la proportion d'eau présente dans l'espace poreux, qui contrôle l'oxygénation de la matrice du sol (l'O_2 se diffusant très mal dans l'eau), donc le type de respiration microbienne impliquant ou non la dénitrification.

Plusieurs auteurs ont constaté que la masse volumique n'était pas un bon prédicteur des émissions de N_2O. Ball, Crichton, et al. (2008) ont incubé des échantillons de sol à deux valeurs de potentiel matriciel différentes, provenant de parcelles non-labourées ou labourées. Il s'est avéré que les échantillons prélevés dans la parcelle non-labourée émettaient jusqu'à 35 fois plus de N_2O que dans la parcelle labourée, et ce même si les échantillons de sol présentaient une masse volumique similaire.

Dans leur étude, Machefert et al. (2002) n'ont pas constaté de corrélation entre les flux de N_2O, mesurés à l'échelle annuelle, et la masse volumique. Dans le travail de thèse de Poinçot (2019) et son étude sur le tassement du sol en relation avec les émissions de N_2O, aucune relation directe n'a été déterminée entre les mesures de masse volumique et l'intensité des émissions de N_2O. En effet, l'auteur a observé « *des flux de N_2O significativement différents*

pour des masses volumiques comparables, et dans certains cas des flux de N_2O comparables pour des masses volumiques différentes ».

Dans le cadre de ce travail de thèse, deux cylindres de sol différents avec une valeur de masse volumique similaire ne présentent pas forcément les mêmes valeurs de flux de N_2O mesurés sur le terrain, par exemple Lt19 et Snt2 (Tableau 22 : masse volumique de 1.35 pour les deux placettes, pour des flux respectivement de 121 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ et de 10 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$). De plus, deux cylindres de sol différents et possédant la même valeur de masse volumique ne présenteront pas forcément les mêmes valeurs d'indicateurs structuraux, attestant d'une conformation du réseau poreux différente entre les deux échantillons de sol. Par exemple, les cylindres de sol prélevés dans les placettes Lnt16 et St15 présentent une masse volumique quasiment identique, mais des valeurs d'indicateurs structuraux contrastées (par exemple, une macroporosité de 1.4 % pour St15, contre 5.5 % pour Lnt16). Cela peut mener à des niveaux d'oxygénation différents de la matrice de sol, donc faire varier le type de respiration microbienne.

Ces exemples montrent que la masse volumique, considérée seule, n'est pas un bon prédicteur des émissions de N_2O, et qu'il est nécessaire de coupler son étude avec d'autres facteurs environnementaux. En revanche, le WFPS permet de prendre en compte l'humidité du sol et constitue un bon descripteur des émissions de N_2O, comme en atteste son utilisation dans la littérature depuis sa conceptualisation par Linn & Doran (1984).

La porosité et la surface spécifique, calculées par imagerie 3D aux deux échelles considérées, sont des paramètres qui semblent avoir en partie exercé un contrôle sur les émissions de N_2O (boxplots en Figure 71). La surface spécifique étant très fortement corrélée à la porosité (matrice de corrélation de Spearman en Figure 69), il pourrait être envisagé de ne calculer que l'un des deux indicateurs, bien que les deux paramètres ne soient pas porteurs de la même information.

Concernant la connectivité calculée à l'échelle de la macrostructure (résolution de 290 µm), les valeurs de densité d'Euler sont positives pour l'ensemble des données (Tableau 22). Cela signifie que le réseau macroporeux rempli d'air n'est pas connecté, du moins à la résolution des images 3D (290 µm).

Le constat d'une porosité à l'air déconnectée à la résolution des images 3D a déjà été établi dans la littérature. Par exemple dans les travaux de Rabot et al. (2015), les auteurs pointent le fait que le réseau poreux rempli d'air, détecté sur leurs images 3D, est probablement connecté, mais via des pores dont la taille est plus petite que ceux détectés à la résolution du tomographe. En effet, la valeur du nombre d'Euler dépend de la taille du plus petit pore détectable en fonction de la résolution de l'image (Vogel et al., 2010). Concernant les données de la thèse, la résolution des images 3D obtenues à la plateforme PIXANIM (290 µm) est presque similaire à la résolution de 300 µm de Rabot et al. (2015). Avec cette résolution, qualifiée de grossière, les auteurs affirment que la connectivité des échantillons de sol a été sous-estimée. De plus, l'étude de Katuwal et al. (2015) indique que le nombre d'Euler n'est pas une bonne mesure de la connectivité des macropores pour comparer des échantillons de sol. En effet, les auteurs ont scanné des sols à une résolution de 500 µm, et ont calculé par la

suite des valeurs de nombre d'Euler positives et élevées (comme dans le cadre de la thèse), synonymes de déconnexion du réseau de pores à cette résolution.

Ces arguments pointent le fait que la densité d'Euler n'est peut-être pas le meilleur paramètre structural pour étudier les émissions de N_2O. En effet, les valeurs de la densité d'Euler varient fortement avec la résolution de l'image, donc l'échelle de mesure choisie, et il est par conséquent difficile de fixer une échelle de mesure pertinente.

Concernant la relation entre les émissions de N_2O (mesurées quotidiennement en laboratoire durant les 7 jours de l'expérimentation) et l'$Id_{\text{POM air}}$, Ortega-Ramírez et al. (2023) obtiennent des corrélations de Pearson élevées (de l'ordre de 0.75, pvalue > 0.05).

Bien que la relation entre les émissions de N_2O et l'$Id_{\text{POM air}}$ soit forte dans les travaux d'Ortega-Ramírez et al. (2023), les corrélations de Pearson calculées dans le cadre de la thèse entre les émissions de N_2O de terrain et l'$Id_{\text{POM air}}$ sont faibles (relation entre $Id_{\text{POM air}}$ calculé à 15 µm de résolution et N_2O : $R^2 = 0.1$ avec pvalue = 0.61 ; relation entre $Id_{\text{POM air}}$ calculé à 290 µm de résolution et N_2O : $R^2 = 0.29$ avec pvalue = 0.98, calculs réalisés sur R). En revanche, les corrélations de Spearman donnent de meilleurs résultats (Figure 69). Les relations entre l'indice $Id_{\text{POM air}}$ et les émissions de N_2O observées sur le terrain sont donc faibles.

Cependant si l'on considère les valeurs de l'indice $Id_{\text{POM air}}$ de manière relative, les placettes à émissions fortes présentent des valeurs plus élevées que les placettes à émissions faibles (Figure 71.g et Figure 71.h), ce qui indique des conditions plus favorables à la dénitrification. L'utilisation de l'indice $Id_{\text{POM air}}$ en tant que descripteur des émissions de N_2O semble par conséquent pertinente, sous réserve que la segmentation des matières organiques particulaires par imagerie 3D soit correctement réalisée. Or, une incertitude subsiste à ce propos concernant les données acquises dans le cadre de la thèse (Figure 66, chapitre 4).

Certaines limites méthodologiques peuvent être formulées au sujet des indicateurs structuraux quantitatifs, acquis par imagerie 3D. Baveye et al. (2018) pointent le fait qu'il est délicat d'extrapoler des résultats obtenus par imagerie 3D à de larges échelles spatiales. En effet, les cylindres de sol présentent potentiellement une faible représentativité spatiale de la couverture pédologique dont ils proviennent. Par ailleurs, plus la résolution visée de l'image à acquérir est fine, plus il est nécessaire que l'échantillon de sol scanné soit petit. L'idéal aurait été de prélever, pour chacun des indicateurs structuraux visés, des réplicas de cylindres de sol pour avoir des répétitions. Deux limites se posent à cette approche : l'espace limité de sol disponible sous la fast-box d'une part, et le temps d'acquisition et de traitement long des images 3D à des résolution fines d'autre part, rendant difficile l'acquisition de grands effectifs. Cela a pour effet de limiter la représentativité, la puissance de l'analyse et des tests statistiques utilisés. De plus, le traitement d'images 3D dont la résolution est fine nécessite un matériel informatique adapté, performant à la fois en termes de stockage (les images acquises par tomographie étant très lourdes, pesant parfois des dizaines de giga) et en puissance de calcul.

Concernant les proxys de la structure du sol, nombre d'auteurs plébiscitent l'analyse de la diffusivité relative des gaz comme prédicteur dans l'étude du déterminisme des émissions de

N_2O. De plus, de nombreux travaux mettent en avant le fait qu'il soit plus pertinent d'utiliser la diffusivité relative des gaz plutôt que le WFPS. Dans leur étude, Petersen et al. (2008) ont montré que la diffusivité relative des gaz expliquait mieux les émissions de N_2O observées que le WFPS. Balaine et al. (2013) ont montré que le pic d'émissions de N_2O observé dans leur étude était faiblement expliqué par le WFPS, mais fortement corrélé linéairement avec le DP/D0. Balaine et al. (2016) ont réalisé des analyses de régression qui ont abouti à la même observation, à savoir que la diffusivité relative est plus adaptée que le WFPS pour expliquer les variations de concentration en N_2O issues de la dénitrification. Dans leur revue de littérature, Pulido-Moncada et al. (2022) avancent que bien que le WFPS soit la métrique la plus commune utilisée pour étudier le déterminisme des émissions de N_2O, la diffusivité relative des gaz est un paramètre présentant un plus grand potentiel de prédiction.

La migration de l'oxygène dans le sol, exprimée par la diffusivité relative, serait en effet un **meilleur prédicteur** des émissions que le WFPS, car le paramètre dépend non-seulement la masse volumique et la proportion d'eau dans la porosité totale du sol (Balaine et al., 2013; Klefoth et al., 2014), mais également de la connectivité et de la tortuosité du réseau de pores libres à l'air (Arthur et al., 2012; Rousset et al., 2022). La diffusivité relative est donc de fait très intégratrice de l'état de la structure du sol à un instant t.

Balaine et al. (2016) recommandent l'utilisation de la diffusivité relative des gaz comme prédicteur des émissions de N_2O. Les auteurs ont, entre autres choses, comparé des flux de N_2O (en $\log_{10}$) et des valeurs de DP/D0 (en $\log_{10}$). Les auteurs obtiennent un très bon R^2 (0.88). C'est pourquoi nous avons testé le modèle de régression[52] de Balaine et al. (2016), afin de déterminer si nous pouvions prédire les émissions grâce aux valeurs de diffusivité relative acquises pendant la thèse (Figure 74).

La formule de régression proposée par Balaine et al. (2016) semble induire des flux de N_2O en $\log_{10}$ prédits trop élevés, comparés aux flux de N_2O en $\log_{10}$ observés (Figure 74.a). Malgré tout, la relation entre les flux de N_2O en $\log_{10}$ observés vs. prédits induit une relation linéaire entre les variables représentées. Cependant, cela ne permet pas d'affirmer qu'il existe bien une relation linéaire entre les flux de N_2O prédits et observés non-transformés en $\log_{10}$. Si l'on représente les valeurs non-transformées en $\log_{10}$ de N_2O observées et prédites, on s'aperçoit que ça n'est pas le cas (Figure 74.b). Le modèle de Balaine et al. (2016) présente donc un pouvoir prédictif faible avec notre jeu de données.

[52] Formule mathématique du modèle de régression de Balaine et al. (2016) : *(log cumulative N_2O-N) = 0.78 – 1.44 × log(DP/D0).*

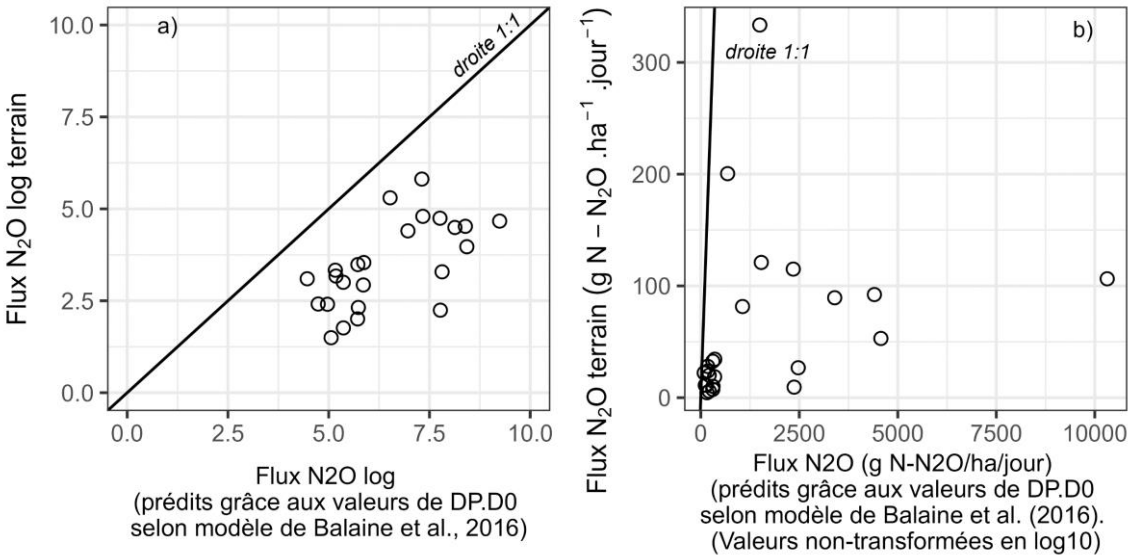


Figure 74 : Utilisation du modèle de régression de Balaine et al. (2016), avec en a) les flux de N_2O (en log_{10}) prédits en fonction des flux de N_2O (en log_{10}) observés sur le terrain, et en b) les flux de N_2O prédits (non transformés) en fonction des flux de N_2O observés sur le terrain.

Enfin, la perméabilité à l'air est très corrélée positivement à la diffusivité relative des gaz d'une part (Figure 68 & Figure 69), et d'autre part les placettes à émissions fortes présentent des perméabilités à l'air bien inférieures à celles des placettes à émissions faibles, et significativement différentes. La perméabilité à l'air semble donc influencer les émissions de N_2O observées sur le terrain. Cependant, il serait préférable d'étudier en priorité la diffusivité relative des gaz, en premier lieu car de nombreux travaux vont dans ce sens, mais également car la perméabilité à l'air traduit le phénomène d'advection des gaz dans un sol, qui est un mécanisme de transport minoritaire comparé à la diffusion. Toutefois, la mesure de la perméabilité à l'air d'un cylindre de sol est très brève, de l'ordre de quelques minutes. Si la diffusivité relative est un bon descripteur des émissions de N_2O et que la perméabilité à l'air est très corrélée à la diffusivité relative, cela rend de fait le paramètre également intéressant à acquérir.

Pour résumer, le WFPS semble être un indicateur pertinent dans notre étude pour expliquer les émissions de N_2O mesurées sur le terrain, d'après le nuage de points en Figure 48 (chapitre 3). Cependant, la relation est relativement faible entre les émissions de N_2O de terrain et le WFPS (corrélation de 0.43 d'après la matrice de Spearman en Figure 69). Certains indicateurs structuraux calculés par imagerie (porosité, surface spécifique) ainsi que la diffusivité relative et la perméabilité à l'air semblent meilleurs que le WFPS en termes de qualité d'information, d'après des relations de Spearman plus fortes avec les émissions de N_2O (Figure 69). En effet, les anticorrélations avec le N_2O sont de -0.66 et -0.69 pour la méso et la macroporosité, de -0.67 et -0.69 pour la surface spécifique méso et macro, et de -0.6 et -0.48 pour la diffusivité relative et la perméabilité à l'air.

Si l'on compare les méthodes d'acquisition des facteurs décrivant directement la structure, calculés par imagerie, et des facteurs décrivant indirectement la structure soit les paramètres de transfert gazeux, il existe une différence en termes de durée de mesure. En effet, le calcul

des indicateurs structuraux par imagerie 3D nécessite un temps de travail potentiellement long, tandis que les paramètres de transfert gazeux sont très rapides à mesurer.

En conclusion, il peut être avancé que la diffusivité relative et la perméabilité à l'air, facteurs proxys de la structure du sol, sont à la fois de bons facteurs explicatifs des émissions de N_2O observées, et plus faciles à acquérir que les indicateurs structuraux obtenus par imagerie 3D. De plus, la diffusivité relative des gaz présente le double avantage de traduire d'une part la diffusion du gaz, considéré comme le processus de transfert gazeux majoritaire dans les sols. D'autre part, la diffusivité relative décrit également directement la capacité du sol à diffuser de l'O_2, la concentration en oxygène contrôlant le phénomène de dénitrification et donc l'intensité de la production de N_2O.

La perméabilité à l'air est également intéressante, car très fortement corrélée à la diffusivité relative (Figure 69), et son temps d'acquisition est de 3 minutes contre 45 minutes pour la diffusivité relative. Par conséquent, la diffusivité relative et la perméabilité à l'air semblent être les paramètres les plus pertinents pour représenter l'influence de la structure du sol sur la variabilité spatiale des émissions de N_2O observées sur le terrain.

3. Lien entre les émissions de N_2O et la structure du sol observées en laboratoire, 24h après apport d'eau fertilisée

L'expérimentation menée en laboratoire a pour objectif d'étudier plus précisément le rôle de la structure du sol dans les émissions de N_2O, en se plaçant en conditions non limitantes concernant plusieurs facteurs proximaux essentiels connus pour contrôler les émissions (teneur en azote, teneur en eau et température du sol). Chacun des 24 cylindres a reçu un apport de 600 ml d'eau fertilisée au KNO_3. Puis, 24h après cet apport, les émissions de N_2O ont été mesurées et les cylindres de sol ont été scannés au tomographe à rayons X, de manière à caractériser leur structure (sous-partie *Expérimentation en laboratoire*, chapitre 2). Le Tableau 25 et le Tableau 26 résument les indicateurs structuraux et le volume de POM calculés par imagerie à partir des cylindres de sol scannés à la plateforme PIXANIM (résolution = 290 µm, permettant la caractérisation de la macrostructure).

Tableau 25 : Statistiques descriptives des indicateurs structuraux et du volume de POM calculés par imagerie, caractérisant la structure du sol 24h après apport d'eau fertilisée.

Paramètre (n=24)	Minimum	Médiane	Maximum
Émissions N2O 24h après apport eau fertilisée (g N-N2O/ha/jour)	1.29	38.8	1120
Macroporosité 24h après apport eau fertilisée (%)	0.115	1.78	7.91
Surface spécifique 24h après apport eau fertilisée (m2.m-3)	0.0038	0.0466	0.159
Densité d'Euler 24h après apport eau fertilisée (mm-3)	0.000156	0.00055	0.00184
Id POM Air 24h après apport eau fertilisée (µm)	530	1310	9530
Volume POM après apport d'eau fertilisée (résol°= 290 µm; %)	0.0177	0.986	4.18

Tableau 26 : Indicateurs structuraux et volume de POM calculés par imagerie, caractérisant la structure du sol 24h après apport d'eau fertilisée.

Placettes	Émissions N2O 24h après apport eau fertilisée (g N-N2O/ha/jour)	Macroporosité 24h après apport eau fertilisée (%)	Surface spécifique 24h après apport eau fertilisée (m2.m-3)	Densité d'Euler 24h après apport eau fertilisée (mm-3)	Id POM Air 24h après apport eau fertilisée (µm)	Volume POM après apport d'eau fertilisée (résol°= 290 µm; %)
Lnt11	3	4.4	0.13	0.0017	957	1.2
Lnt15	6	2.7	0.08	0.0014	863	0.2
Lnt16	44	4.5	0.13	0.0015	941	1.9
Lnt18	1	5.1	0.10	0.0012	970	1.0
Lnt19	13	3.9	0.12	0.0018	971	1.8
Lnt2	12	4.1	0.10	0.0013	996	0.3
Lt10	8	1.2	0.04	0.0006	1334	0.1
Lt12	25	1.7	0.03	0.0004	1622	0.4
Lt18	5	0.1	0.00	0.0002	8180	1.8
Lt19	2	0.2	0.01	0.0002	9531	1.3
Lt2	33	1.9	0.06	0.0009	1024	0.1
Lt8	17	3.2	0.06	0.0008	1284	1.0
Snt11	327	1.4	0.04	0.0006	1477	4.2
Snt2	155	1.5	0.03	0.0005	1134	0.0
Snt20	34	0.8	0.02	0.0003	3190	1.4
Snt3	117	0.9	0.02	0.0004	2959	0.3
Snt5	85	7.9	0.16	0.0009	530	0.5
Snt6	1115	3.1	0.06	0.0003	986	1.6
St11	161	1.0	0.03	0.0006	1864	1.6
St14	380	2.8	0.07	0.0005	1357	1.0
St15	182	1.1	0.03	0.0004	1714	0.4
St16	135	2.5	0.06	0.0005	844	0.2
St3	46	0.8	0.02	0.0005	2222	0.8
St8	199	0.5	0.02	0.0005	2986	1.2

3.1. Relations entre les flux de N_2O et les indicateurs structuraux calculés 24h après apport d'eau fertilisée

La matrice de corrélation de Spearman, réalisée sur les résultats issus de l'expérimentation en laboratoire, ne révèle aucune relation entre les émissions de N_2O mesurées 24h après apport d'eau fertilisée, les indicateurs structuraux et le volume des POM calculé par imagerie (Figure 75). En revanche, les indicateurs structuraux projetés dans la matrice sont très corrélés ou anticorrélés entre eux. Les POM ne sont significativement liées ni aux émissions de N_2O, ni aux indicateurs structuraux.

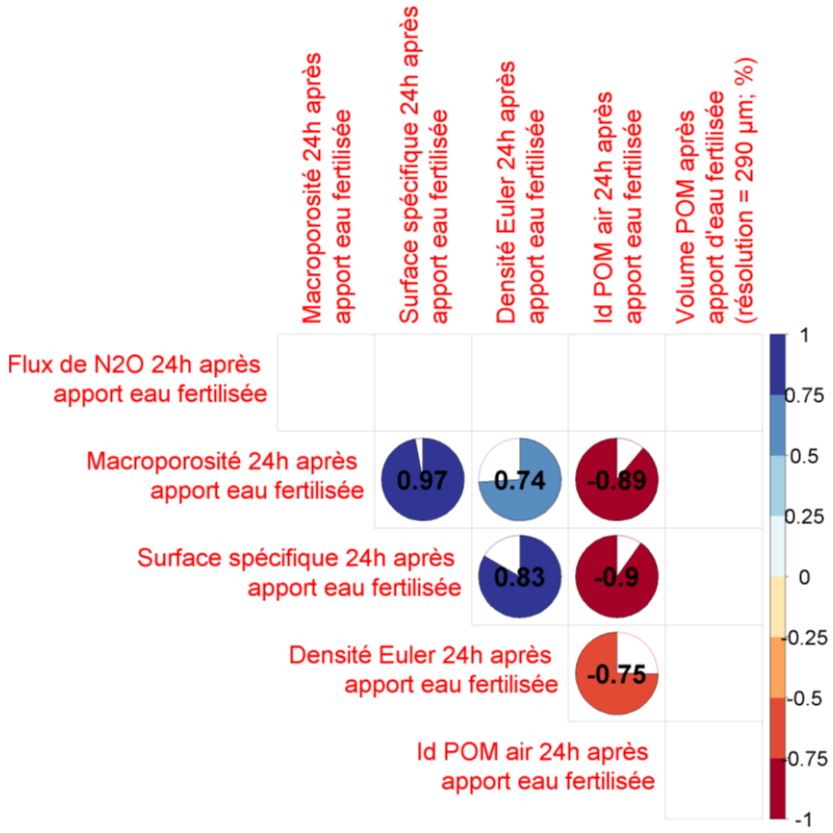


Figure 75 : Matrice de corrélation de Spearman (n = 24) décrivant les relations entre les émissions de N_2O, les indicateurs structuraux mesurés en laboratoire et le volume des POM calculé par imagerie, 24h après apport d'eau fertilisée (résolution des images 3D = 290 µm).

On observe sur les histogrammes de la Figure 76 qu'il n'existe pas de relation systématique entre les valeurs des indicateurs structuraux calculés et les émissions de N_2O mesurées. Par exemple, le cylindre Snt5 présente la plus forte macroporosité et surface spécifique du jeu de données, allié à la plus faible valeur d'indice d'*Id* $_{POM\text{-}air}$. On pourrait s'attendre à ce que la valeur de flux de N_2O soit parmi les plus faibles, en raison de conditions à priori peu favorables à la dénitrification. Or, le cylindre Snt5 émet un flux de 85 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$, soit une valeur relativement élevée. De même, les cylindres Lt18 et Lt19 présentent les plus faibles valeurs de macroporosité, de surface spécifique et de densité d'Euler, ainsi que les valeurs d'indice d'*Id* $_{POM\text{-}air}$ les plus élevées du jeu de données. Ces conditions sont propices à une faible oxygénation du sol donc à la dénitrification, en raison de matières organiques particulaires situées loin de l'espace poreux rempli d'air, un petit volume poreux et un réseau de pores fortement déconnecté (à la résolution de 290 µm). Pourtant, les cylindres Lt18 et Lt19 sont

parmi les moins émetteurs du jeu de données, avec des flux de N_2O extrêmement faibles mesurés 24h après apport d'eau fertilisée. Il se pourrait également que le N_2O produit ne puisse pas s'échapper du sol, en raison d'un volume poreux trop restreint ou d'une fermeture des pores en surface.

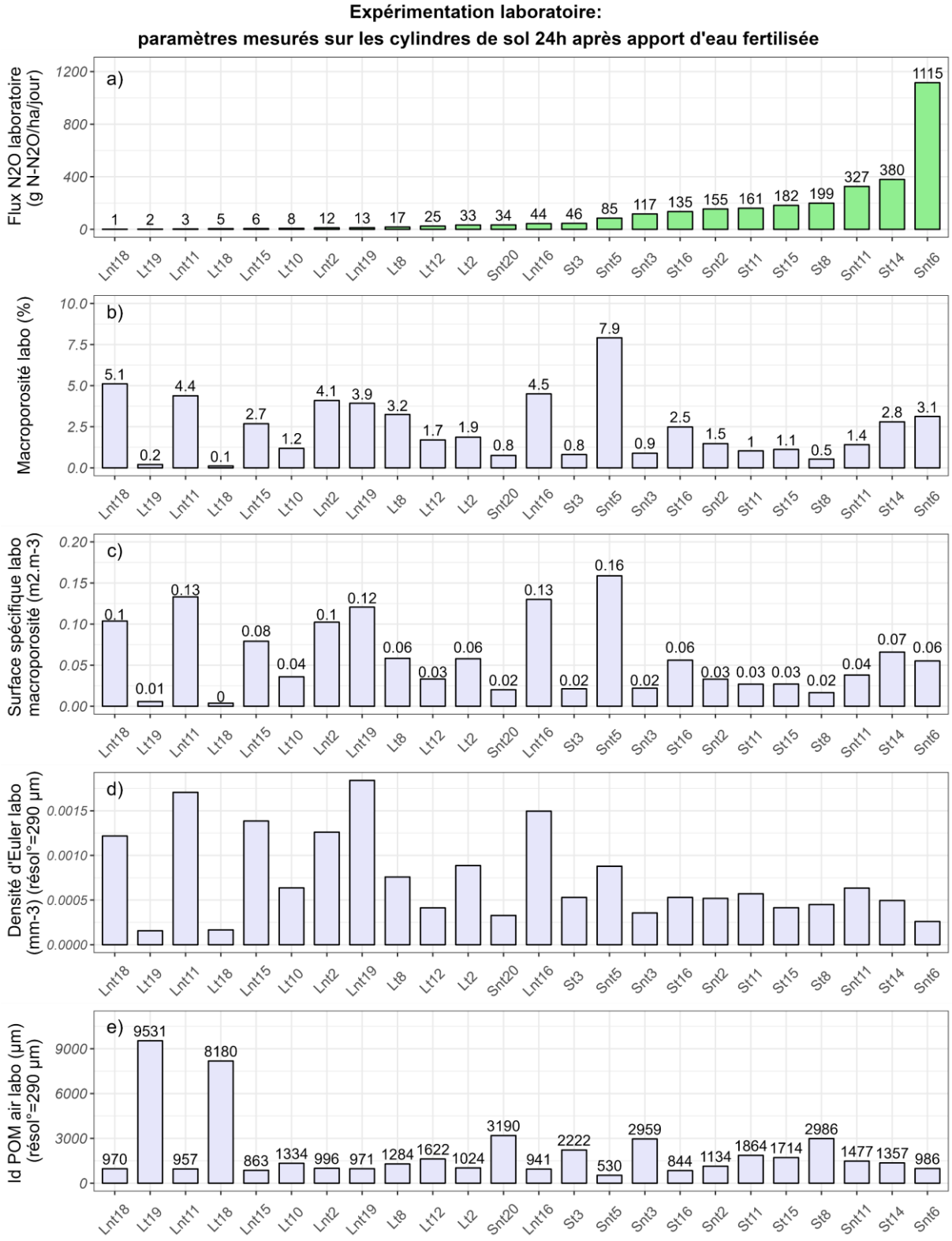


Figure 76 : Histogrammes des émissions de N_2O classées par ordre croissant (a), de la macroporosité (b), de la surface spécifique de la macroporosité (c), de la densité d'Euler (d) et de l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ (e). L'ensemble des variables ont été mesurées sur les cylindres de sol 24h après apport d'eau fertilisée, à 290 µm de résolution.

Les graphiques montrant la dynamique des émissions de N_2O et des indicateurs structuraux entre avant l'apport d'eau fertilisée (mesure du N_2O à t = 0) et 24h après sont disponibles en annexe 24, annexe 25, annexe 26, annexe 27 & annexe 28.

3.2. Stratification du jeu de données acquis en laboratoire en fonction des émissions de N_2O faibles ou fortes émanant des cylindres de sol

Les émissions de N_2O, mesurées 24h après fertilisation des cylindres de sol en laboratoire, ont été également stratifiées en fonction de leur intensité, avec le même seuil fixé à 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ que le sous-chapitre précédent (Figure 77 & Tableau 27).

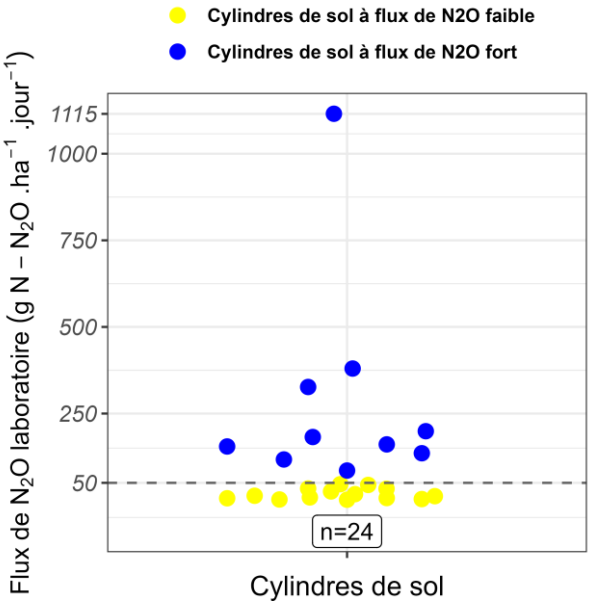


Figure 77 : Stratification des émissions de N_2O mesurées 24h après fertilisation des cylindres de sol en laboratoire, avec un seuil fixé à 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$.

Tableau 27 : Tableaux récapitulatifs des cylindres de sol dont les émissions de N_2O enregistrées étaient comprises en dessous de 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (à gauche, en jaune), et dont les émissions étaient situées au-dessus de 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (à droite, en bleu).

Cylindres à émissions faibles (n=14)	*Flux N2O laboratoire (g N-N2O/ha/jour)*
Lnt11	3
Lnt15	6
Lnt16	44
Lnt18	1
Lnt19	13
Lnt2	12
Lt10	8
Lt12	25
Lt18	5
Lt19	2
Lt2	33
Lt8	17
Snt20	34
St3	46

Cylindres à émissions fortes (n=10)	*Flux N2O laboratoire (g N-N2O/ha/jour)*
Snt11	327
Snt2	155
Snt3	117
Snt5	85
Snt6	1115
St11	161
St14	380
St15	182
St16	135
St8	199

Contrairement aux différences statistiques caractéristiques de la campagne de terrain, établies entre les indicateurs structuraux mesurés selon la stratification *placettes à émissions faibles* et *placettes à émissions fortes* (boxplots en Figure 71), il n'y a pas de différence

significative entre les indicateurs structuraux mesurés 24h après apport d'eau fertilisée selon la stratification *cylindres à émissions faibles* et *cylindres à émissions fortes* (Figure 78).

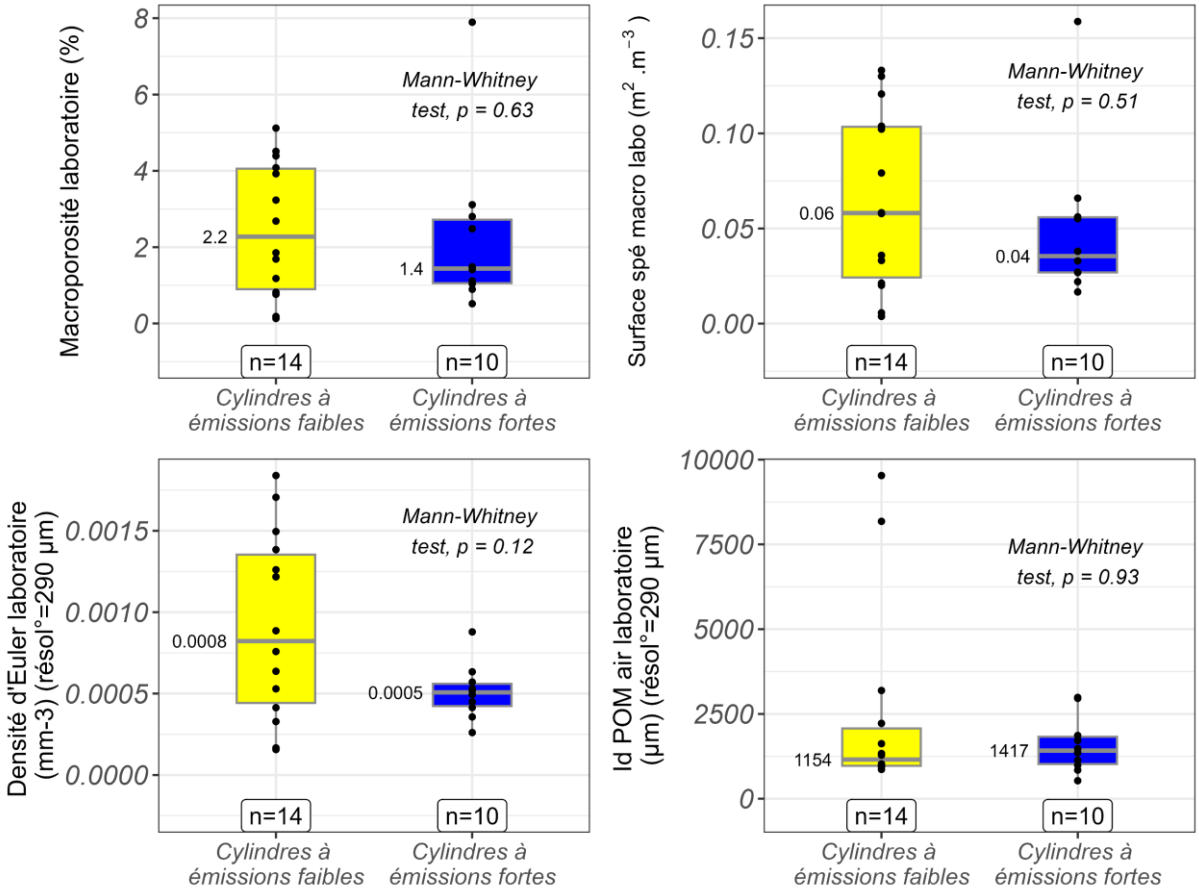


Figure 78 : Comparaison des indicateurs structuraux calculés sur les cylindres à émissions faibles (n = 14) et fortes (n = 10), 24h après apport d'eau fertilisée sur les cylindres de sol en laboratoire (290 µm de résolution). Le test de Mann-Whitney a été réalisé, aucune différence significative n'a été détectée.

3.3. Concernant les indicateurs structuraux, y a-t-il des valeurs seuils observées en laboratoire en dessous desquelles les flux de N_2O sont forts ?

Des nuages de points, liant les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux analysés respectivement sur le terrain et en laboratoire, sont présentés en Figure 79. Les valeurs seuils observées sur le terrain pour la macroporosité et la surface spécifique de la macroporosité, en dessous desquelles les émissions sont fortes, ont été reportées sur les nuages de points relatifs au laboratoire (Figure 79 b, d). Il s'avère que les cylindres de sol émettant faiblement ou fortement en laboratoire ne sont pas forcément issus des mêmes placettes émettant fortement ou faiblement sur le terrain. Cependant, les flux de N_2O mesurés sur les cylindres en laboratoire qui dépassent 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ présentent également les plus faibles valeurs des indicateurs structuraux analysés. Par ailleurs ces valeurs sont, pour la plupart, situées sous les valeurs seuils déterminées pour le terrain. Concernant l'indice $Id_{POM\text{-}air}$, il y a peu de différences entre le terrain et le laboratoire, excepté le fait que les cylindres de sol prélevés sur les placettes Lt18 et Lt19 émettent très peu de N_2O 24h après fertilisation.

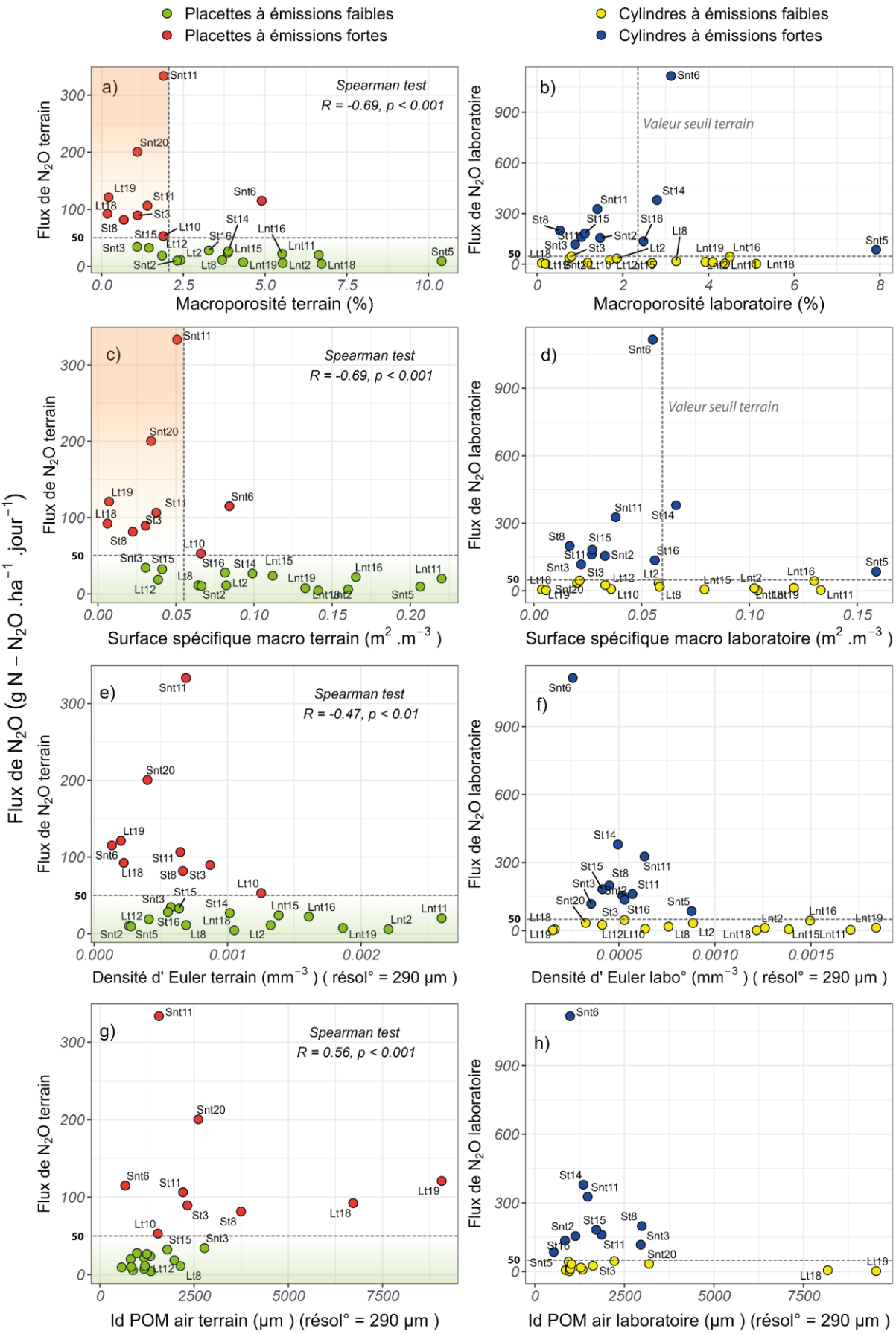


Figure 79 : Nuages de points liant les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux analysés respectivement sur le terrain (graphiques a, c, e et g) et en laboratoire (graphiques b, d, f et h).

3.4. Répartition, suivant la profondeur, de la macroporosité et des POM détectées par imagerie dans les cylindres de sol 24h après fertilisation

La Figure 80 présente les profils de profondeur de la macroporosité et des volumes de POM, calculés par imagerie 3D à 290 µm de résolution, par ordre croissant de flux de N_2O mesurés 24h après la fertilisation.

Les valeurs de macroporosité et de POM sont, pour la plupart des cylindres, plus élevées dans les premiers cm de sol en surface qu'en profondeur. Au-delà de cet effet général, les valeurs de macroporosité et de POM sont très variables suivant les cylindres. Par exemple, la macroporosité présente des valeurs très élevées sur tout le profil du cylindre Snt5, et en surface du cylindre Snt6. *A contrario*, la macroporosité est très faible voire quasiment nulle pour certains cylindres comme Lt18, Lt19 ou bien St8. De même concernant les POM, certains cylindres contiennent des volumes très élevés en surface (Lnt19, Snt11, Snt6). D'autres n'en contiennent quasiment pas sur tout le profil de profondeur (Lnt15, Lnt2, Lt10, Lt2, Snt2, Snt3, St16). De plus, certains cylindres de sol présentent des valeurs élevées de macroporosité suivant les différents niveaux de profondeur, mais en revanche peu de POM (Lnt2, Lt2, Snt5, St16).

Les macroporosités et les volumes de POM plus élevés en surface des sols échantillonnés ne semblent pas influencer de manière logique les émissions de N_2O enregistrées. Par exemple, le cylindre Lnt19 présente à la fois une grande macroporosité sur toute sa profondeur ainsi qu'un grand volume de POM en surface, pour un flux de N_2O mesuré de seulement 12 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$. *A contrario*, Le cylindre Snt6 présente également de grandes valeurs de macroporosité (les plus élevées du jeu de données) et de POM calculées en surface, mais pour un flux de N_2O mesuré atteignant 1115 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$, soir le flux le plus fort mesuré du jeu de données.

Le cylindre Lt19 présente un grand volume de POM en surface, pour un flux très faible mesuré de 2 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$ (potentiellement lié à un réseau poreux de volume très restreint) ; le cylindre Snt11 présente également un grand volume de POM en surface, pour un flux mesuré beaucoup plus élevé de 327 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$. À l'inverse, presque aucune POM n'a été détectée sur tout le profil de profondeur du cylindre Snt2, qui pourtant émet un flux de 155 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$. La segmentation de la matière organique a été vérifiée visuellement, à partir des images brutes et binarisées du cylindre Snt2 : les POM ont été correctement segmentées, bien que légèrement sous-estimées.

Un autre cas de figure est celui du cylindre Snt5, qui présente une très grande macroporosité sur tout son profil de profondeur, très peu de POM, mais un flux enregistré de 85 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$, ce qui est non-négligeable. Pour citer un dernier exemple, le cylindre St15 présente peu de macroporosité et de POM sur son profil de profondeur, mais un flux élevé d'une valeur de 182 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$. De nombreux cas de figures différents sont par conséquent observés en termes de macroporosité et POM en fonction de la profondeur, qui ne semblent pas être liés de manière logique avec les flux de N_2O mesurés.

Certains cylindres de sol, tels que Snt5, présentaient des matières organiques particulaires en surface. Cette observation a été réalisée sur l'image 3D brute, mais la segmentation n'a pas été concluante sur ces matières organiques en particulier, qui ont été catégorisées à tort comme un volume poreux rempli d'air. Il faut donc interpréter les valeurs de matière organique particulaire avec prudence.

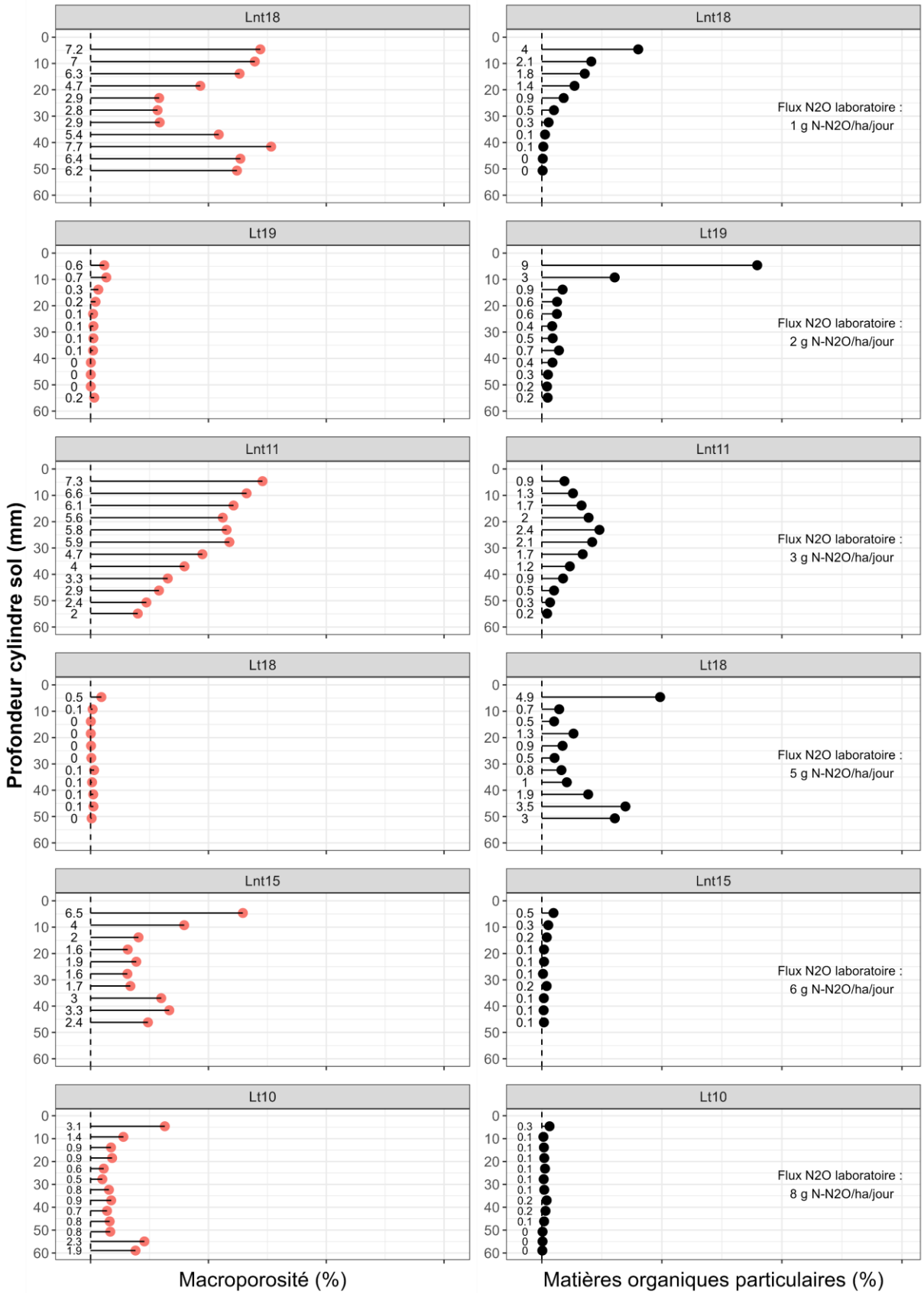


Figure 80 (Suite de la figure ci-dessous).

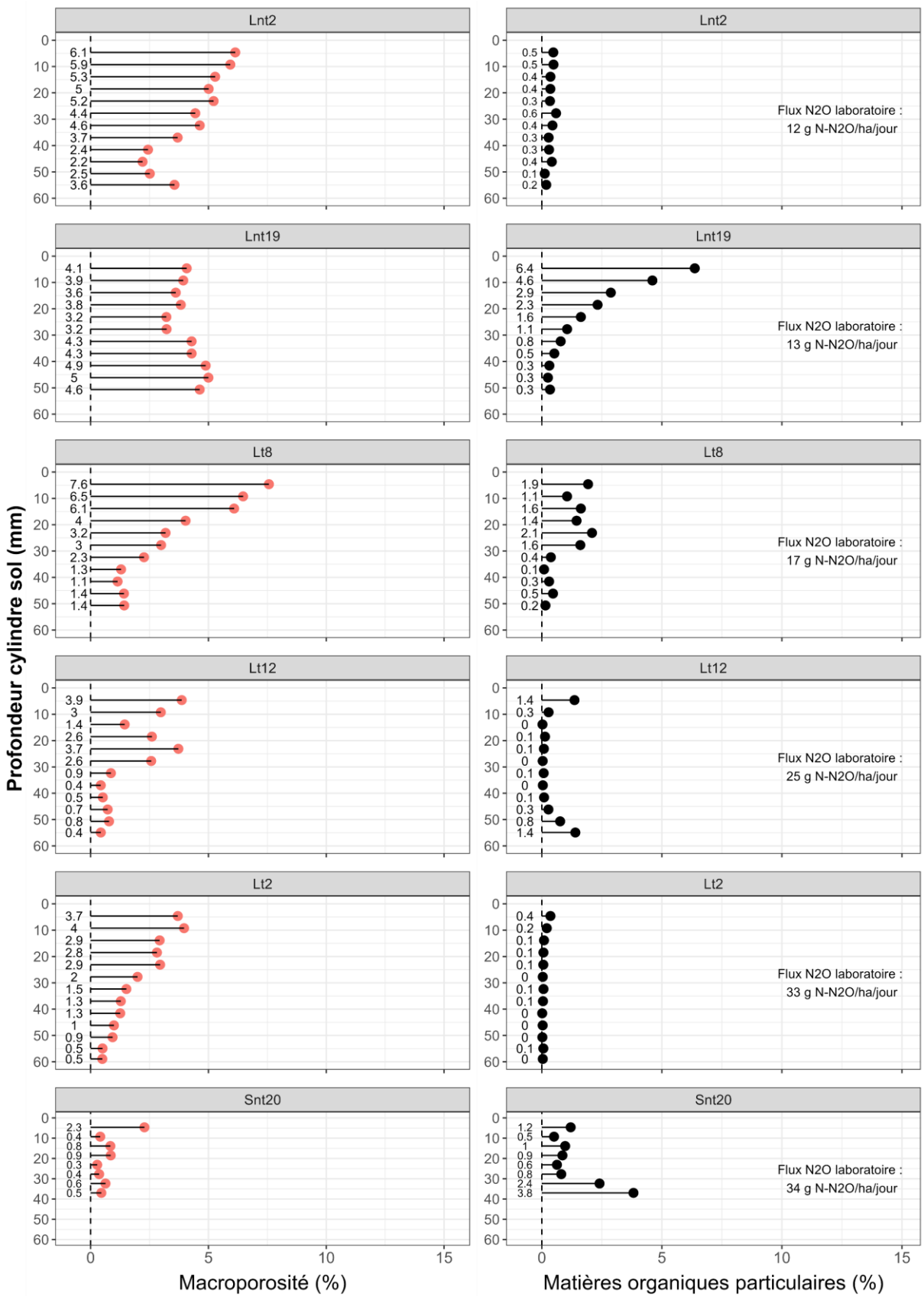


Figure 80 (Suite de la figure ci-dessous).

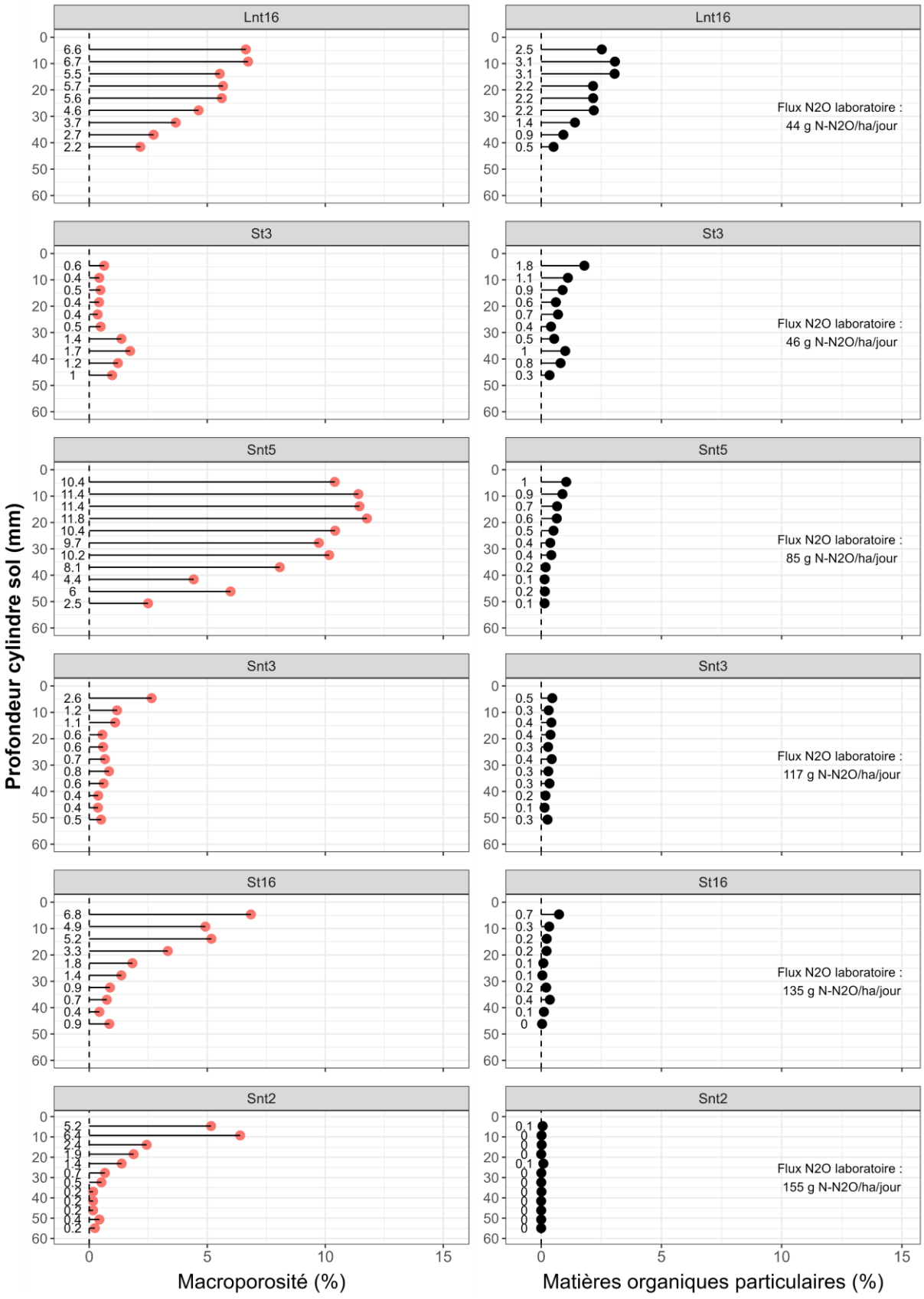


Figure 80 (Suite de la figure ci-dessous).

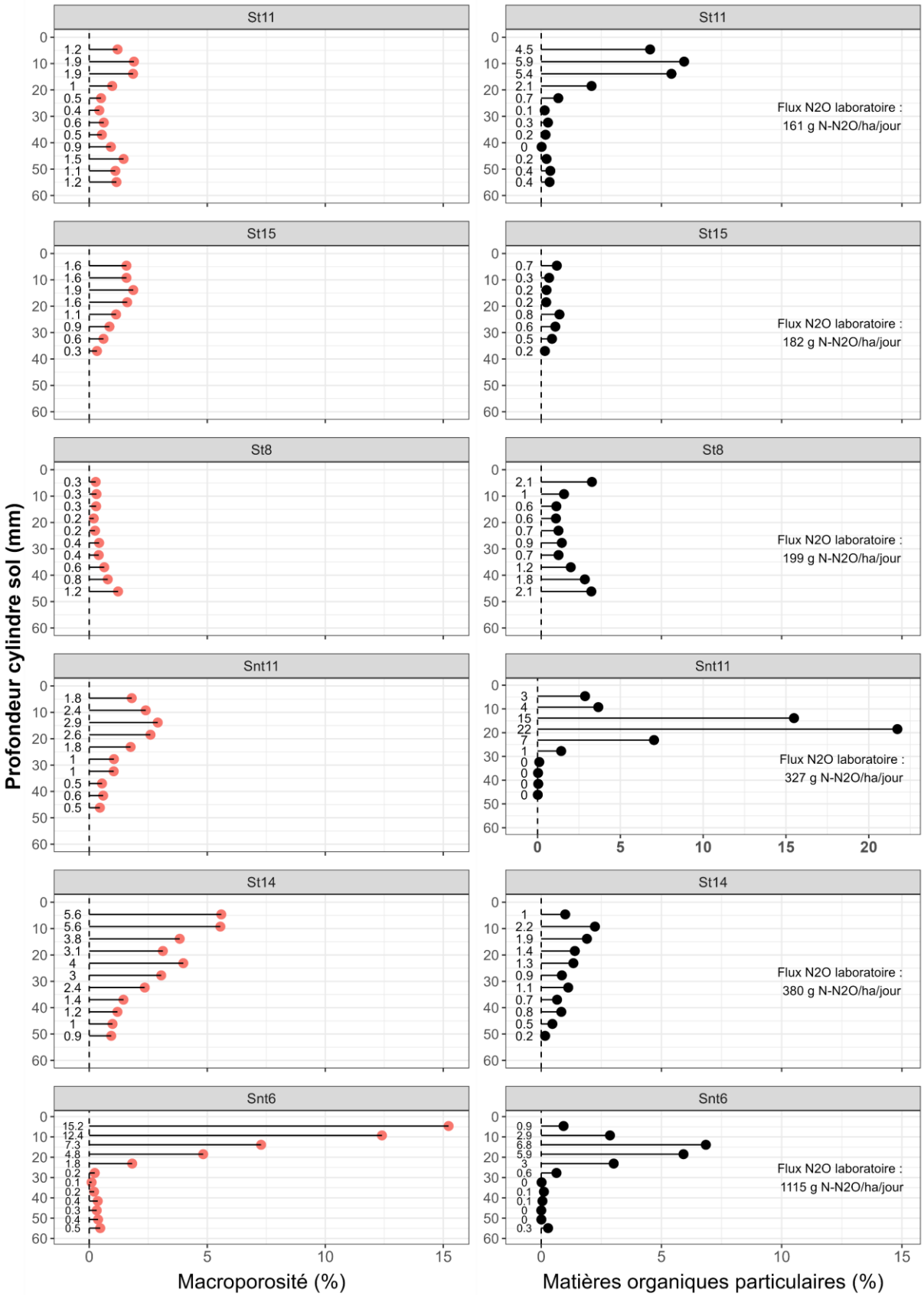


Figure 80 : Variation du volume de la macroporosité et des POM (%) en fonction de la profondeur des cylindres de sol. Le volume de vide (macroporosité) et le volume de POM ont été calculés sur les images 3D obtenues 24h après apport d'eau fertilisée. Le graphique caractérisant le volume de POM du cylindre Snt11 n'a pas la même échelle des abscisses que les autres graphiques.

3.5. Discussion

3.5.1. Relations entre les flux de N_2O et les indicateurs structuraux calculés 24h après apport d'eau fertilisée

Aucune corrélation n'a été détectée entre les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux calculés sur les cylindres en laboratoire, 24h après apport d'eau fertilisée (matrice de corrélation de Spearman sur les variables mesurées en laboratoire, Figure 75). Cependant, cela ne signifie pas qu'il n'y a aucune relation de causalité entre ces variables. En effet les valeurs seuils en dessous desquelles les émissions de N_2O sont fortes, déterminées pour le terrain concernant les paramètres décrivant la structure, semblent conservées en laboratoire (nuages de points en Figure 79).

Une hypothèse peut être formulée pour expliquer ce phénomène : on observe de gauche à droite sur les nuages de points (Figure 79) que les valeurs sont grossièrement réparties sous une courbe d'abord croissante puis décroissante, ce qui suggère la forme d'une **courbe enveloppe** (Figure 81). Cette forme particulière de courbe a déjà été mise en évidence pour le N_2O par Schmidt et al. (2000). Concernant le WFPS, les auteurs ont montré que lorsque les conditions environnementales de production du N_2O ne sont pas limitantes (azote, température, etc.), alors les valeurs projetées entre le N_2O et le WFPS prendront la forme d'une courbe enveloppe (partie supérieure de la courbe nommée pic ou optimum). Les valeurs situées sous l'enveloppe de cette courbe représentent des mesures qui ont été potentiellement limitées par un ou des facteurs de contrôle non-représentés dans la relation entre le N_2O et le WFPS. La dénitrification sera donc limitée, diminuant l'intensité des émissions de N_2O.

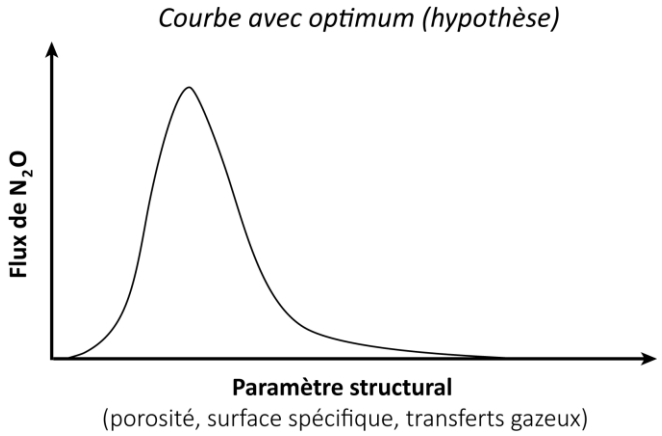


Figure 81 : Relation hypothétique entre les flux de N_2O et les paramètres décrivant la structure du sol sous la forme d'une fonction non-monotone (courbe avec optimum).

Si l'on regarde les données de la thèse en laboratoire (nuages de points entre N_2O et indicateurs structuraux calculés 24h après apport d'eau fertilisée en Figure 79), on observe que les émissions augmentent en intensité jusqu'à un optimum apparent, puis décroissent. La fonction de réponse semble donc être non-monotone. Si nos données sont effectivement réparties selon une courbe enveloppe, cela signifierait que des facteurs limitants pourraient subsister, en dépit du fait de s'être placé en conditions non-limitantes concernant la

concentration en nitrates, et à une température stable et favorable à la dénitrification. Concernant les indicateurs structuraux testés, cela signifie également qu'il existe potentiellement une gamme de valeurs favorable à la production et à l'émission de N_2O, avec une valeur optimum théorique.

De plus 24h après apport d'eau fertilisée, les émissions de N_2O tendent vers 0 lorsque les valeurs des indicateurs structuraux tendent vers zéro également (Figure 79). Si la fonction qui relie les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux caractéristiques de la situation de terrain (Figure 72) est également une courbe enveloppe, ce phénomène (émissions de N_2O proches de zéro lorsque les valeurs des indicateurs structuraux sont proches de zéro) n'est pas observé.

Une telle forme de courbe se retrouve dans d'autres travaux que ceux de Schmidt et al. (2000) traitant de la relation entre le WFPS et les flux de N_2O. La relation entre la porosité libre à l'air et les émissions de N_2O dans l'article de Balaine et al. (2013) pourrait probablement être décrite par une courbe enveloppe, de même que la relation entre la diffusivité relative des gaz et les émissions de N_2O (Balaine et al., 2013, 2016).

Le fait de ne pas trouver de relations entre les flux de N_2O et les indicateurs structuraux déterminés en laboratoire pourrait par conséquent s'expliquer par le fait que la relation de Spearman (corrélation ou anticorrélation) est forte seulement si une relation monotone existe entre deux variables. Le calcul du Rho de Spearman ne sera, par conséquent, pas significatif si la relation n'est pas monotone.

De plus concernant les résultats de la campagne de terrain, les corrélations de Spearman positives ou négatives, calculées entre les émissions de N_2O et les paramètres décrivant la structure du sol (Figure 69), ont peut-être été observées car les valeurs étaient situées à droite du pic de l'optimum, sur la partie décroissante de la courbe (Figure 72 et Figure 81).

3.5.2. Causes potentielles de l'écart aux relations attendues entre les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux

Il semble qu'une ou bien plusieurs covariables, *a priori* non-mesurées durant l'expérimentation en laboratoire, aient influencé les émissions de N_2O mesurées. Plusieurs hypothèses pourraient expliquer la faiblesse des relations entre les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux calculés 24h après apport d'eau fertilisé (observées dans la matrice de Spearman de laboratoire en Figure 75, dans l'histogramme en Figure 76, et dans les profils de macroporosité et de POM en Figure 80) :

- Lors de l'expérimentation, la durée entre la sortie des cylindres de la chambre froide et l'apport d'eau fertilisée était de 48h, pour des raisons logistiques. Or, deux jours entiers sont normalement nécessaires pour que les bactéries s'habituent à la température, ainsi que 5 jours supplémentaires pour que les bactéries se remettent à synthétiser correctement les enzymes nécessaires à la dénitrification. Il aurait fallu laisser les cylindres une semaine hors de la chambre froide, avec un tissu humecté couvrant les cylindres afin de limiter l'évaporation (comm. pers. Patricia Garnier).

- Il se pourrait également que la dynamique écologique (richesse spécifique, abondance) des populations microbiennes (bactéries, champignons et archaeas peuplant les sols échantillonnés dans les cylindres) ait évolué entre le moment du prélèvement lors de la campagne de terrain et l'expérience de laboratoire (3 mois passés en chambre froide à 4 °C). Cela pourrait être susceptible de faire varier les émissions de N_2O. Selon Rabot et al. (2014), de nombreuses études ont reporté le fait que l'intensité des émissions de N_2O, ainsi que leur évolution dans le temps, étaient souvent expliquées par la dynamique des populations microbiennes qui subissent de fortes variations environnementales de leur milieu. De fait, la situation de production du N_2O par les cortèges microbiens était potentiellement différente lorsque les émissions ont été mesurées sur le terrain, par rapport aux émissions mesurées lors de l'expérimentation en laboratoire.

Cette dernière hypothèse pourrait également être en accord avec les différences fortes des flux de N_2O observées entre les cylindres de sol prélevés en strip till et en labour, 24h après apport d'eau fertilisée (Figure 52, chapitre 3) : en effet, la même stratification strip till/labour a été observée à la fois sur le terrain et en laboratoire, bien que l'expérimentation ait eu lieu 3 mois plus tard. Il se pourrait que des communautés microbiennes en place dans les sols de la zone en strip till et la zone labourée soient de nature différente, induisant par conséquent des flux de N_2O différents au sein des deux pratiques agricoles.

En conclusion de cette sous-partie, l'expérimentation de laboratoire ne nous permet pas de déterminer un indicateur structural pertinent ayant une influence dans le déterminisme des émissions de N_2O observées, dans des conditions de teneur en eau hors-équilibre *a priori* similaires à une situation rencontrée après une pluie dans une parcelle fertilisée.

3.5.3. Étude spécifique de l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$

Ortega-Ramírez et al. (2023) ont déterminé une relation linéaire entre les flux de N_2O et l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$. *A contrario* la relation deux à deux mise en évidence dans le cadre de la thèse ressemble, comme pour les autres indicateurs structuraux, à une fonction non-monotone (Figure 79.h). En effet on observe un pic de valeurs faibles d'*Id* $_{POM\text{-}air}$, aux alentours de 1200 µm, allié à des flux de N_2O élevés, puis des valeurs très élevées d'*Id* $_{POM\text{-}air}$ lorsque les flux de N_2O décroissent jusqu'à une asymptote qui tend vers zéro, comme c'est le cas pour les cylindres Lt18 et Lt19.

On remarque que les cylindres Lt18 et Lt19 présentent également une macroporosité très faible. Si ce faible volume poreux est rempli d'eau, ou bien si la macroporosité se referme partiellement 24h après apport d'eau, alors les flux de N_2O potentiellement produits dans la matrice du sol ne seront pas transférés jusqu'à l'atmosphère, et l'indice *Id* $_{POM\text{-}air}$ sera très élevé.

En parallèle la macroporosité et l'indice *Id* $_{POM\text{-}air,}$ calculés respectivement pour la situation caractéristique de la campagne de terrain et de l'expérimentation en laboratoire, sont liés mathématiquement par une loi en puissance, au vu des très bons R^2 obtenus (Figure 82). Cela signifie que lorsque la macroporosité est très faible, les valeurs d'*Id* $_{POM\text{-}air}$ tendent vers l'infini.

De plus cette excellente relation entre l'*Id* $_{POM-air}$ et la macroporosité, déterminée à la fois pour le terrain et 24h après apport d'eau fertilisée, est détectée à des teneurs en eau différentes. En effet durant l'expérimentation, les cylindres de sol étaient probablement proches de la capacité au champ 24h après apport d'eau fertilisée, couplé à une fermeture de la porosité d'intensité variable (annexe 25). Ça n'est pas le cas pour les cylindres de sol échantillonnés sur le terrain.

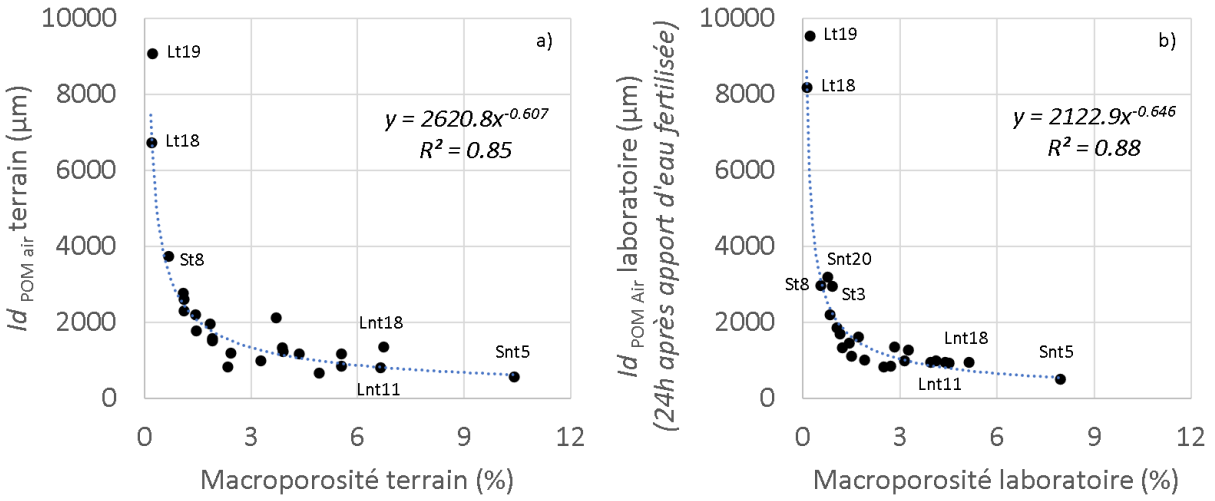


Figure 82 : Relations entre l'indice *id* $_{POM-air}$ et la macroporosité (290 µm de résolution). Les indicateurs structuraux ont été respectivement calculés pour la situation caractéristique de la campagne de terrain (a), et l'expérimentation en laboratoire 24h après apport d'eau fertilisée (b).

Un élément d'explication potentiel à ces relations fortes est que l'eau n'est pas détectée par tomographie X, ou bien se confond avec les niveaux de gris de la matière organique : la macroporosité est par conséquent toujours considérée comme libre à l'air, alors que ça n'est pas forcément le cas. Or, le remplissage en eau des pores est un élément essentiel à considérer, car cela change potentiellement la nature de la relation mathématique liant les flux de N_2O et l'indice *Id* $_{POM-air}$: lorsque l'on est proche de la saturation du sol, on s'attend à ce que le N_2O décroisse progressivement au fur et à mesure de la saturation, jusqu'à tendre vers zéro. La relation non-monotone observée entre le N_2O et l'indice *Id* $_{POM-air}$, 24h après apport d'eau fertilisée (Figure 79), pourrait donc s'expliquer si certaines parties du sol contenu dans les cylindres sont restées à une teneur en eau très élevée 24h après apport d'eau fertilisée.

Ortega-Ramírez et al. (2023) ont mis en lumière une relation linéaire entre les émissions de N_2O et les valeurs d'*Id* $_{POM-air}$, à un potentiel matriciel suffisant pour assurer un WFPS supérieur à 60 %, soit une teneur en eau propice à la dénitrification. Ce potentiel matriciel était constant tout au long des 7 jours d'expérimentation. Toutefois, on ne connaît pas la nature de la relation entre l'indice *Id* $_{POM-air}$ et les flux de N_2O lorsque le sol est proche de la saturation. Il se pourrait que l'indice *Id* $_{POM-air}$ tende vers l'infini, et que le flux de N_2O mesuré tende vers zéro.

En conclusion de cette sous-partie, la nature mathématique de la relation entre l'indice *Id* $_{POM-air}$ et les émissions de N_2O pourrait être amenée à varier en fonction du degré de saturation de la porosité totale. Le type de relation publiée dans Ortega-Ramírez et al. (2023)

est linéaire, et l'autre situation hypothétique avancée dans le cadre de la thèse est une relation non-monotone.

3.5.4. Perspectives pour des expérimentations en conditions contrôlées

Pour aller plus loin, il serait intéressant d'explorer la relation entre les flux de N_2O et l'indice $Id_{\text{POM-air}}$, avec un potentiel matriciel réglable grâce à une table à succion. En effet, affiner nos connaissances sur la dynamique de la structure du sol dans des situations à l'équilibre, tout en suivant la dynamique temporelle des émissions, pourrait par la suite autoriser la réalisation d'expérimentations plus cadrées sur des processus hors-équilibres.

Il pourrait être également envisagé d'acquérir des paramètres de transfert gazeux sur des cylindres de sol destinés à être scannés, puis de mesurer *in fine* la masse volumique et la teneur en eau de ces mêmes cylindres ; de cette manière, la structure du sol pourrait être étudiée de manière complète, quantitativement par imagerie 3D et indirectement via des proxys, en parallèle du calcul WFPS possible, et d'un suivi temporel du potentiel matriciel et des flux de N_2O.

De même, il serait mieux de raccourcir au maximum le délai de stockage entre la campagne de prélèvement des cylindres de sol sur le terrain et l'expérimentation en laboratoire, afin d'impacter le moins possible les microorganismes à l'origine du N_2O dans le sol. Le fait est que nous n'avons pas d'informations sur la dynamique des populations microbiennes lors du stockage en chambre froide. Si le compartiment microbiologique n'est pas étudié et demeure de fait une boîte noire, réaliser l'expérimentation en laboratoire le plus rapidement possible après les prélèvements est sans doute un point essentiel. Cela permettrait de dépeindre le plus finement possible les processus de production du N_2O ayant lieu dans les agrosystèmes.

4. Synthèse du chapitre 5

Les placettes à émissions fortes (hotspots) présentent à la fois des facteurs proximaux (WFPS, température du sol, concentration en nitrates) et structuraux (porosité, surface spécifique, $Id_{\text{POM-air}}$, paramètres de transfert gazeux) favorables au phénomène de dénitrification par rapport aux placettes à émissions faibles, bien que cela reste une hypothèse.

De plus, les émissions de N_2O mesurées dans les placettes d'intérêt présentent une relation plus forte entre les paramètres structuraux qu'avec le WFPS, la température du sol ou la concentration en nitrates. Ces observations suggèrent globalement une nette influence de l'état structural du sol sur les émissions de N_2O mesurées sur le terrain. Par ailleurs, le sol semble agir en tant que hotspot en dessous ou au-dessus d'une certaine valeur seuil de paramètre structural, excepté pour l'indice $Id_{\text{POM-air}}$.

Cette étude permet d'avancer que la structure du sol semble pertinente à intégrer dans l'étude du déterminisme des flux de N_2O. L'acquisition des paramètres de transfert gazeux semble plus judicieuse que la mesure de paramètres structuraux par imagerie. Plusieurs raisons existent : d'une part, les transferts gazeux se mesurent sur un temps très court comparé au traitement d'images 3D, pouvant s'avérer potentiellement long. De plus, la

diffusivité relative des gaz présente l'avantage de décrire directement la capacité du sol à diffuser l'oxygène, facteur de contrôle fondamental de la dénitrification et donc de l'intensité des émissions de N_2O. Concernant la perméabilité à l'air, cette dernière se mesure en trois minutes approximativement. Très fortement corrélée à la diffusivité relative, la mesure de la perméabilité à l'air pourrait être pertinente à réaliser en routine, afin de caractériser la propension du sol à éventuellement émettre de grandes quantités de N_2O. Cela nécessite néanmoins des recherches ultérieures, afin de vérifier et préciser ces hypothèses.

Concernant l'expérimentation en laboratoire, aucune relation forte n'est observée entre les paramètres structuraux calculés par imagerie et l'intensité des émissions de N_2O mesurées 24h après un apport d'eau fertilisée. Plusieurs causes sont possibles : le temps de repos à température ambiante des cylindres de sol est potentiellement insuffisant après leur sortie de la chambre froide ; la dynamique des communautés microbiennes n'est pas prise en compte et a pu varier ; la distribution de l'eau fertilisée au sein de la matrice de sol est hétérogène, etc. Cependant, les valeurs seuils de macroporosité et de surface spécifique à l'échelle de la macroporosité observées sur le terrain, en dessous desquelles les émissions sont fortes, semblent également être observées 24h après apport d'eau fertilisée, ce qui suggère un effet de la structure sur les émissions. Enfin, il se pourrait que la relation entre les émissions de N_2O et certains indicateurs structuraux suive une fonction non-monotone, traduite par une courbe enveloppe.

Conclusion générale

1. Objectif de la thèse et hypothèses de travail

L'objectif de la thèse était d'explorer les relations entre la structure d'un sol cultivé et les émissions de N_2O, un puissant gaz à effet de serre contribuant au changement climatique. À notre connaissance, aucune étude ne caractérise actuellement la structure du sol de manière indirecte et directe à plusieurs échelles, en parallèle de l'étude d'autres facteurs physico-chimiques connus pour contrôler la production et le transfert du N_2O dans les sols. En contribuant à l'exploration de ces relations, le but de ce travail était de faire progresser les connaissances sur le sujet afin d'apporter *in fine* des solutions d'atténuation.

La principale hypothèse de ce travail est que la structure du sol exerce un fort contrôle sur la production et les émissions de N_2O, car elle constitue le cadre physique des réactions biogéochimiques à l'origine de la production et du transfert du gaz. L'état de l'art a permis d'identifier les principaux facteurs physico-chimiques contrôlant la production et le transfert du N_2O, qui sont des processus multifactoriels, et de souligner la variabilité spatio-temporelle extrême des émissions de N_2O.

La première approche retenue pour aborder la question a été d'étudier conjointement la structure du sol et les émissions de N_2O de manière synchronique (c'est-à-dire à un instant t), afin de s'affranchir de leur dynamique temporelle. La deuxième approche a été d'évaluer l'influence de la structure du sol sur les émissions de N_2O, en conditions contrôlées, après un apport d'eau concentrée en fertilisant azoté, afin de simuler une pluie.

2. Moyens mis en œuvre

Afin de préciser le rôle de la structure du sol dans le déterminisme des émissions de N_2O, deux approches complémentaires ont été mises en œuvre dans ce travail de thèse.

Premièrement une campagne de terrain, réalisée sur une période courte, a été menée sur une parcelle cultivée. On considère que les émissions de N_2O mesurées *in situ* sont intégratrices de l'ensemble des facteurs physico-chimiques régissant la production de N_2O, éventuellement la réduction du N_2O à l'intérieur du sol, et son transfert jusqu'à l'atmosphère.

Les émissions de N_2O ont été mesurées dans un même contexte pédoclimatique, au début de l'implantation d'une culture de maïs dans une parcelle fertilisée de manière homogène, lors d'une période de pic d'émissions printanier. Des flux de N_2O ont été mesurés dans des états structuraux différenciés, soit sur des placettes ayant subi deux pratiques agricoles différentes (strip till et labour), à deux degrés de tassement différents (tassé et non-tassé). Puis, des placettes à faibles et fortes émissions de N_2O ont été identifiées, et le sol de ces placettes a été prélevé à l'emplacement exact de la mesure de flux afin de caractériser à la fois i) certains facteurs physico-chimiques connus pour contrôler fortement les émissions de N_2O (teneur en eau, concentration en nitrates, pH, etc.) et ii) la structure du sol, caractérisée par la suite de manière directe par tomographie X, et de manière indirecte par mesure de paramètres de transfert gazeux.

L'originalité de cette approche réside dans une caractérisation qui se veut la plus exhaustive possible d'un maximum de facteurs de contrôle des émissions de N_2O, y compris de l'influence de la structure du sol, encore mal comprise. Afin d'explorer la relation entre la structure du sol et les émissions de N_2O, la structure a été analysée quantitativement à deux échelles d'étude, la mésostructure et la macrostructure. Le choix de ces deux échelles a été réalisé dans un but exploratoire, afin d'étudier si des tendances identiques se dégageaient, et si une échelle d'étude s'avérait plus pertinente qu'une autre. Cette première étude avait pour objectif de déterminer si la structure du sol permettait de comprendre pourquoi certaines zones émettaient faiblement ou fortement, et de déterminer quels étaient les paramètres décrivant la structure les plus pertinents à étudier.

Dans un second temps, une expérimentation a été menée en laboratoire, où une pluie concentrée en fertilisant azoté a été simulée sur des cylindres de sol prélevés au sein des placettes d'intérêt échantillonnées lors de la campagne de terrain. L'objectif était de s'affranchir de certains facteurs contrôlant la production et les émissions de N_2O, tels que la température du sol, la concentration en nitrates et la teneur en eau, afin de préciser l'influence de la structure du sol sur les émissions de N_2O. Au cours de cette expérimentation, la structure du sol n'a été étudiée qu'à l'échelle de la macrostructure, et les paramètres de transfert gazeux n'ont pas été mesurés.

3. Principaux acquis de la thèse

3.1. Lien entre structure du sol et émissions de N_2O mesurées à la parcelle

Les points saillants suivants ont été mis en évidence :

- **L'ensemble des émissions de N_2O mesurées à la parcelle sont stratifiées selon les pratiques agricoles étudiées (*strip till* et *labour*), ainsi que par le degré de tassement.**

- **La structure du sol contrôle en partie la variabilité des émissions de N_2O.**
  En considérant d'autres paramètres que ceux liés à la structure du sol, il a été constaté que les hotspots se distinguaient des placettes à faibles émissions par une température du sol, une concentration en nitrates et une proportion de porosité remplie d'eau (WFPS) plus élevées. Cela traduit une situation favorable à la dénitrification, processus considéré comme étant à l'origine de la plus grande contribution aux émissions de N_2O. Ces résultats sont cohérents avec la littérature, ces facteurs étant connus pour contrôler fortement la dynamique des communautés microbiennes à la source de la production du gaz.
  Cependant, les résultats de la thèse montrent également que la structure du sol des hotspots se distingue nettement de celle des zones à faibles émissions, et ce quelle que soit l'échelle d'étude considérée. Les hotspots sont caractérisés par une structure de l'horizon superficiel potentiellement peu favorable à l'oxygénation du sol, situation propice à une forte production de N_2O par dénitrification.

Ces résultats attestent donc du rôle au moins tout aussi important de la structure du sol sur les émissions de N_2O, que celui des autres facteurs de contrôle déjà bien identifiés dans la littérature.

- **Les paramètres décrivant la structure du sol permettent une meilleure explication de l'intensité des émissions de N_2O que les facteurs de contrôle classiquement étudiés.**
  D'après les corrélations obtenues dans le cadre de la thèse, les paramètres décrivant la structure du sol expliquent mieux les émissions de N_2O observées sur le terrain que les autres facteurs de contrôle classiquement étudiés dans le déterminisme des émissions de N_2O (température du sol, WFPS ou bien concentration en nitrates). Les paramètres décrivant la structure du sol qui présentent les relations les plus fortes avec les émissions de N_2O sont la porosité et la surface spécifique, calculées à l'échelle de la méso et de la macrostructure, ainsi que la diffusivité relative.

- **Concernant les relations deux à deux entre les émissions de N_2O mesurées sur le terrain et certains paramètres décrivant la structure, des valeurs seuils ont été identifiées au-delà desquelles les placettes de sol agissent en tant que hotspots.**
  En dessous d'une certaine valeur de porosité et de surface spécifique (calculées aux deux échelles étudiées), de diffusivité relative des gaz et de perméabilité à l'air, les émissions mesurées dépassent les 50 g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$, et les placettes agissent dès lors en tant que hotspot. Ces placettes sont également caractérisées par une valeur élevée de masse volumique et de WFPS, un constat cohérent avec la littérature.
  L'ensemble de ces observations suggère que plus l'espace poreux de l'horizon du sol est restreint, avec une faible surface de contact et une faible aptitude à transférer les gaz, plus le sol est sujet à une faible oxygénation. Ces observations sont cohérentes avec l'hypothèse d'une forte production de N_2O par dénitrification.

- **La caractérisation de la structure du sol de manière indirecte semble la plus judicieuse pour expliquer l'intensité des émissions de N_2O.**
  Quels que soit les paramètres de structure mesurés (caractérisation de la structure de manière directe par tomographie X, ou bien de manière indirecte par mesure de transfert gazeux), on observe que des propriétés de la structure du sol semblent avoir influencé les émissions de N_2O. Cependant, le temps d'acquisition de ces paramètres de structure et le temps de traitement des résultats associés n'est pas égal. En effet, les résultats acquis par imagerie peuvent s'avérer longs à obtenir, tandis que les résultats issus des mesures de transfert gazeux sont rapides à acquérir, et nécessitent une instrumentation plus légère.
  La diffusivité relative des gaz semble particulièrement pertinente à mesurer. Premièrement, les résultats de la thèse indiquent que la diffusivité relative est beaucoup plus faible au sein des hotspots que dans les placettes à faibles émissions (Figure 71.j). De plus, la diffusivité relative décrit le processus de diffusion des gaz, considéré comme le processus de transfert gazeux majoritaire dans les sols. Enfin, la

diffusivité relative traduit directement la capacité du sol à diffuser l'oxygène, considéré comme un paramètre essentiel car contrôlant le type de respiration microbienne en place, conduisant par conséquent à la dénitrification si le milieu est hypoxique voire anoxique. Les résultats obtenus dans le cadre de la thèse confortent ainsi les observations de certains auteurs (par exemple les travaux de Balaine et al., 2013) qui ont démontré que la diffusivité relative était un bon indicateur des émissions de N_2O. Elle présente en effet l'avantage d'intégrer la masse volumique et la teneur en eau, mais également des paramètres structuraux comme la connectivité et la tortuosité du réseau poreux, ce qui en fait un paramètre très intégrateur de la structure du sol et de son influence sur les transferts de gaz.

- **L'étude de la structure du sol à l'échelle de la méso et de la macrostructure apporte des informations supplémentaires, mais uniquement sur la connectivité du réseau poreux.**

  Les résultats issus de la caractérisation par imagerie de la structure du sol à plusieurs échelle présentent des tendances similaires, excepté concernant la mesure de la connectivité, décrite par le paramètre de la densité d'Euler (métrique de nature topologique). Théoriquement, plus la résolution des images 3D est fine, plus la connectivité du réseau de pore est élevée, en raison d'un plus grand nombre de connexions entre les objets (en l'occurrence de connexions entre les pores). Cependant, ce phénomène n'a pas été observé avec les résultats issus de la thèse.

3.2. Lien entre structure du sol et émissions de N_2O en conditions contrôlées après un apport d'eau simulant une pluie concentrée en fertilisant azoté

- **Durant l'expérimentation en laboratoire en conditions contrôlées, la macrostructure du sol ne semble pas expliquer les émissions de N_2O.**

  Les émissions de N_2O ont été mesurées en laboratoire, 24h après un apport d'eau fertilisée, sur les cylindres de sol prélevés dans les hotspots et les placettes à faibles émissions. Pour la plupart des cylindres de sol, les émissions de N_2O mesurées sur le terrain ne ressemblent pas aux émissions de N_2O mesurées en laboratoire. De plus, les paramètres liés à la macrostructure du sol ne semblent pas expliquer les émissions de N_2O mesurées en laboratoire.

  Malgré les différences entre les émissions de N_2O mesurées sur le terrain et en laboratoire, la stratification des flux selon la pratique agricole en place (*strip till* et *labour*) semble conservée entre la campagne de terrain et l'expérimentation en laboratoire. Afin d'expliquer ces différences, nous émettons l'hypothèse que contrairement aux cylindres de sol prélevés en zone labourée, les nombreux anciens chaumes de maïs (résidus de culture) présents dans les cylindres de sol en strip till agissent potentiellement comme des hotspots, à l'origine de fortes émissions. De plus, la dynamique des communautés microbiennes productrices de N_2O n'a pas été suivie, et a potentiellement pu varier durant la période entre la campagne de terrain et l'expérimentation en laboratoire.

- **Un effet seuil semble également être observé en laboratoire concernant la macroporosité et la surface spécifique liée à la macroporosité.**
  La relation entre les paramètres macrostructuraux (macroporosité et surface de contact calculée à l'échelle de la macrostructure) et les émissions de N_2O mesurées en laboratoire est peu claire. Cependant, les valeurs seuils observées pour la macroporosité et la surface spécifique, en dessous desquelles les placettes de sol agissaient sur le terrain en tant que hotspot, semblent conservées durant l'expérimentation en laboratoire.

- **Une relation non-monotone pourrait exister entre les émissions de N_2O et les paramètres de structure du sol.**
  Un optimum d'émissions de N_2O existe en fonction du WFPS (Schmidt et al., 2000). Bien que cette proposition nécessite d'être confortée, il pourrait également exister un optimum d'émissions de N_2O en fonction de la porosité et de la surface spécifique, calculées à l'échelle de la macrostructure. Cela pourrait s'expliquer théoriquement car lorsqu'un sol est très aéré, avec un grand espace poreux et une grande surface de contact, la matrice du sol est potentiellement bien oxygénée, non-favorable à la dénitrification. *A contrario* lorsqu'un sol présente une très faible porosité et une très faible surface spécifique, le N_2O (si ce dernier est produit) ne peut pas s'échapper de l'espace poreux du sol, et reste piégé. Cette situation est également favorable à la réduction du N_2O.

4. Perspectives

Suite aux résultats obtenus et aux interprétations réalisées dans le cadre de la thèse, plusieurs perspectives de recherche sont proposées afin d'étudier plus en détail le contrôle exercé par la structure du sol sur les émissions de N_2O.

L'étude conjointe de la microstructure du sol (< 30 µm) et de la microbiologie du sol pourrait-elle apporter des informations complémentaires ?

Les résultats de la thèse ont montré que les caractérisations de la structure du sol à deux échelles (méso et macroscopique) étaient redondantes pour expliquer la variabilité des émissions de N_2O. On peut cependant se demander si l'étude de la structure du sol à une échelle plus fine (microstructure, soit inférieure à 30 µm) ne permettrait pas d'obtenir des informations complémentaires. Cela permettrait de caractériser une frange de la porosité non-visible aux résolutions étudiées dans le cadre de la thèse, susceptible d'abriter des communautés microbiennes. Selon Baveye et al. (2018), les paramètres décrits depuis 60 ans par les microbiologistes du sol (granulométrie, pH, matière organique, biomasse, etc.) ne sont pas suffisants pour évaluer quantitativement l'activité microbienne, et entre autres les émissions de GES qui découlent de cette activité. C'est pourquoi coupler l'étude de la structure du sol avec l'étude de l'activité microbienne paraît être une voie prometteuse pour expliquer les émissions de GES, dont le N_2O.

L'isotopie paraît également intéressante afin caractériser certains processus. Elle constitue une alternative indirecte qui permettrait entre autres de déterminer si les émissions de N_2O proviennent bien de réactions de dénitrification. Cela permettrait d'infirmer ou confirmer l'hypothèse émise dans le cadre de la thèse, selon laquelle la structure du sol des hotspots serait propice à une faible oxygénation de la matrice du sol, donc à la dénitrification. Il y a cependant encore besoin de développement théorique sur cette méthode, qui reste plus qualitative que quantitative (Yu et al., 2020).

L'étude conjointe de la microbiologie et de la structure du sol permettrait d'affiner les connaissances sur les processus de production du N_2O.

Les valeurs seuils, définies pour chacun des paramètres liés à la structure au-delà desquelles le sol agit comme hotspot, sont-elles généralisables ?

La valeur seuil de diffusivité relative déterminée dans le cadre de la thèse, en dessous de laquelle le sol agit en tant que hotspot, confirme le seuil de 0.02 déjà proposé dans la littérature. Cependant, des études complémentaires restent nécessaires afin de vérifier si les seuils déterminés pour les paramètres structuraux sont confirmés pour d'autres types de sol, d'autres climats et d'autres pratiques agricoles. Un nombre plus élevé de mesures de N_2O et d'échantillons de la structure du sol serait judicieux, afin de vérifier et de préciser la valeur seuil relative à chaque paramètre décrivant la structure.

Quelle est l'utilité potentielle des valeurs seuils définies pour certains paramètres liés à la structure du sol, au-delà desquelles les émissions sont fortes ?

L'intérêt de vérifier et préciser ces valeurs seuils est double : d'une part, cela permettrait d'avancer sur la compréhension des processus de production et de transfert du N_2O avec un prisme d'observation encore peu étudié, qui est celui du contrôle exercé par la structure du sol. D'autre part, si une valeur seuil unique - et ce point concerne en particulier la diffusivité relative - existe pour tout contexte pédoclimatique, en dessous de laquelle le sol est susceptible de se transformer en hotspot, alors la valeur présentera potentiellement un grand intérêt en termes de gestion agricole. Des pratiques favorables à la limitation des émissions de N_2O pourraient être déterminées, et des valeurs de diffusivité relative pourraient être incluses dans des modèles de prédiction des émissions. Par ailleurs, certains auteurs proposent déjà d'utiliser la diffusivité relative comme paramètre dans des outils d'aide à la décision concernant l'irrigation des prairies, afin d'atténuer les émissions de N_2O (Rousset et al., 2021).

La mesure de la diffusivité relative pourrait-elle être substituée par la mesure de la perméabilité à l'air ?

Il a été montré dans le cadre de la thèse que la perméabilité à l'air est très corrélée à la diffusivité relative. On pourrait envisager d'évaluer également la perméabilité à l'air en tant que paramètre explicatif des émissions de N_2O. Il s'agirait alors de vérifier et préciser la valeur seuil observée pour la perméabilité à l'air, dans d'autres contextes pédoclimatiques et culturaux. Si une valeur seuil générique est mise en évidence, on pourrait remplacer la mesure de la diffusivité relative (environ 45 minutes par échantillon de sol) par une mesure de

perméabilité à l'air (environ 3 minutes de mesure) beaucoup plus rapide, toujours dans une optique de gestion, d'aide à la décision et de prédiction des émissions de N_2O.

Pourrait-on prédire les émissions de N_2O en fonction des paramètres de transfert gazeux ?

Un modèle prédictif est déjà proposé dans les travaux de Balaine et al. (2016), mais ce dernier semble ne fonctionner que si les données (DP/D0 et flux de N_2O) sont transformées en $\log_{10}$, ce qui lisse la variabilité de certaines valeurs extrêmes. On pourrait envisager de proposer un autre modèle permettant de prédire l'intensité des émissions de N_2O, basé à la fois sur des valeurs de diffusivité relative et de perméabilité à l'air mesurées sur des échantillons collectés sur le terrain. Dans cette optique, ce modèle pourrait être évalué à l'échelle des territoires.

Bibliographie

Abalos, D., Rittl, T. F., Recous, S., Thiébeau, P., Topp, C. F. E., van Groenigen, K. J., Butterbach-Bahl, K., Thorman, R. E., Smith, K. E., Ahuja, I., Olesen, J. E., Bleken, M. A., Rees, R. M., & Hansen, S. (2022). Predicting field N2O emissions from crop residues based on their biochemical composition : A meta-analytical approach. *Science of The Total Environment*, *812*, 152532. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.152532

Abu-Hamdeh, N. H., & Reeder, R. C. (2000). Soil Thermal Conductivity Effects of Density, Moisture, Salt Concentration, and Organic Matter. *Soil Science Society of America Journal*, *64*(4), 1285-1290. https://doi.org/10.2136/sssaj2000.6441285x

Aguilera, E., Lassaletta, L., Sanz-Cobena, A., Garnier, J., & Vallejo, A. (2013). The potential of organic fertilizers and water management to reduce N2O emissions in Mediterranean climate cropping systems. A review. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, *164*, 32-52. https://doi.org/10.1016/j.agee.2012.09.006

Aitchison & Brown. (1957). The Lognormal Distribution, with Special Reference to its Uses in Economics. *Journal of the Royal Statistical Society: Series C (Applied Statistics)*, *6*(3), 228-230. https://doi.org/10.2307/2985613

Ambus, P., & Christensen, S. (1994). Measurement of N $_2$ O emission from a fertilized grassland : An analysis of spatial variability. *Journal of Geophysical Research*, *99*(D8), 16549. https://doi.org/10.1029/94JD00267

Anthony, T. L., Szutu, D. J., Verfaillie, J. G., Baldocchi, D. D., & Silver, W. L. (2023). Carbon-sink potential of continuous alfalfa agriculture lowered by short-term nitrous oxide emission events. *Nature Communications*, *14*(1), 1926. https://doi.org/10.1038/s41467-023-37391-2

Arah, J. R. M., Smith, K. A., Crichton, I. J., & Li, H. S. (1991). Nitrous oxide production and denitrification in Scottish arable soils. *Journal of Soil Science*, *42*(3), 351-367. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1991.tb00414.x

Arrouays, D., Jolivet, C., Boulonne, L., Bodineau, G., Ratié, C., Saby, N., & Grolleau, E. (2003). Le Réseau de Mesures de la Qualité des Sols de France (RMQS). *Étude et Gestion des Sols*.

Arthur, E., Moldrup, P., Schjønning, P., & Jonge, L. W. (2012). Linking Particle and Pore Size Distribution Parameters to Soil Gas Transport Properties. *Soil Science Society of America Journal*, *76*(1), 18-27. https://doi.org/10.2136/sssaj2011.0125

Baggs, E. M. (2011). Soil microbial sources of nitrous oxide : Recent advances in knowledge, emerging challenges and future direction. *Current Opinion in Environmental Sustainability*, *3*(5), 321-327. https://doi.org/10.1016/j.cosust.2011.08.011

Baggs, E. M., Stevenson, M., Pihlatie, M., Regar, A., Cook, H., & Cadisch, G. (2003). Nitrous oxide emissions following application of residues and fertiliser under zero and conventional tillage. *Plant and Soil*, *254*(2), 361-370. Scopus. https://doi.org/10.1023/A:1025593121839

Bais, A. F., McKenzie, R. L., Bernhard, G., Aucamp, P. J., Ilyas, M., Madronich, S., & Tourpali, K. (2014). Ozone depletion and climate change : Impacts on UV radiation. *Photochemical & Photobiological Sciences*, *14*(1), 19-52. https://doi.org/10.1039/c4pp90032d

Baize. (2016). *Petit Lexique de Pédologie* (INRAE, Éd.; V1 éd.). Quae. https://doi.org/10.15454/5FIPVE

Baize, D., Duval, O., & Richard, G. (2013). *Les sols et leurs structures : Observations à différentes échelles*. Quae.

Baize, D., & Girard, M.-C. (2009). *Référentiel pédologique 2008*. Editions Quae.

Baize, D., & Jabiol, B. (2011). *Guide pour la description des sols*. Éditions Quae. http://digital.casalini.it/9782759210350

Bakker, J. W., & Hidding, A. P. (1970). The influence of soil structure and air content on gas diffusion in soils. *Netherlands Journal of Agricultural Science*, *18*(1), 37-48. https://doi.org/10.18174/njas.v18i1.17354

Balaine, N., Clough, T. J., Beare, M. H., Thomas, S. M., & Meenken, E. D. (2016). Soil Gas Diffusivity Controls N $_2$ O and N $_2$ Emissions and their Ratio. *Soil Science Society of America Journal*, *80*(3), 529-540. https://doi.org/10.2136/sssaj2015.09.0350

Balaine, N., Clough, T. J., Beare, M. H., Thomas, S. M., Meenken, E. D., & Ross, J. G. (2013). Changes in Relative Gas Diffusivity Explain Soil Nitrous Oxide Flux Dynamics. *Soil Science Society of America Journal*, *77*(5), 1496-1505. https://doi.org/10.2136/sssaj2013.04.0141

Ball, B. C. (1981). MODELLING OF SOIL PORES AS TUBES USING GAS PERMEABILITIES, GAS DIFFUSIVITIES AND WATER RELEASE. *Journal of Soil Science*, *32*(4), 465-481. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1981.tb01723.x

Ball, B. C. (2013). Soil structure and greenhouse gas emissions : A synthesis of 20 years of experimentation. *European Journal of Soil Science*, *64*(3), 357-373. https://doi.org/10.1111/ejss.12013

Ball, B. C., Horgan, G. W., Clayton, H., & Parker, J. P. (1997). Spatial Variability of Nitrous Oxide Fluxes and Controlling Soil and Topographic Properties. *Journal of Environmental Quality*, *26*(5), 1399-1409. https://doi.org/10.2134/jeq1997.00472425002600050029x

Ball, B. C., Horgan, G. W., & Parker, J. P. (2008). Short-range spatial variation of nitrous oxide fluxes in relation to compaction and straw residues. *European Journal of Soil Science*, *51*(4), 607-616. https://doi.org/10.1046/j.1365-2389.2000.00347.x

Ball, B. C., O'Sullivan, M. F., & Hunter, R. (1988). Gas diffusion, fluid flow and derived pore continuity indices in relation to vehicle traffic and tillage. *Journal of Soil Science*, *39*(3), 327-339. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1988.tb01219.x

Ball, B. C., Scott, A., & Parker, J. P. (1999). *Field N2O, CO2 and CH4 ¯uxes in relation to tillage, compaction and soil quality in Scotland*. 11.

Ball, Crichton, I., & Horgan, G. (2008). Dynamics of upward and downward N2O and CO2 fluxes in ploughed or no-tilled soils in relation to water-filled pore space, compaction and crop presence. *Soil and Tillage Research*, *101*(1-2), 20-30. https://doi.org/10.1016/j.still.2008.05.012

Bateman, E. J., & Baggs, E. M. (2005). Contributions of nitrification and denitrification to N2O emissions from soils at different water-filled pore space. *Biology and Fertility of Soils*, *41*(6), 379-388. https://doi.org/10.1007/s00374-005-0858-3

Baveye, P. C., Otten, W., Kravchenko, A., Balseiro-Romero, M., Beckers, É., Chalhoub, M., Darnault, C., Eickhorst, T., Garnier, P., Hapca, S., Kiranyaz, S., Monga, O., Mueller, C. W., Nunan, N., Pot, V., Schlüter, S., Schmidt, H., & Vogel, H.-J. (2018). Emergent Properties of Microbial Activity in Heterogeneous Soil Microenvironments : Different Research Approaches Are Slowly Converging, Yet Major Challenges Remain. *Frontiers in Microbiology*, *9*, 1929. https://doi.org/10.3389/fmicb.2018.01929

Beare, M. H., Gregorich, E. G., & St-Georges, P. (2009). Compaction effects on CO2 and N2O production during drying and rewetting of soil. *Soil Biology and Biochemistry*, *41*(3), 611-621. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2008.12.024

Beauchamp, E. G. (1997). Nitrous oxide emission from agricultural soils. *Canadian Journal of Soil Science*, *77*(2), 113-123. https://doi.org/10.4141/S96-101

Benoit, M., Garnier, J., & Billen, G. (2015). Temperature dependence of nitrous oxide production of a luvisolic soil in batch experiments. *Process Biochemistry*, *50*(1), 79-85. https://doi.org/10.1016/j.procbio.2014.10.013

Bergaust, L., Shapleigh, J., Frostegård, Å., & Bakken, L. (2008). Transcription and activities of NO_x reductases in *Agrobacterium tumefaciens* : The influence of nitrate, nitrite and oxygen availability. *Environmental Microbiology*, *10*(11), 3070-3081. https://doi.org/10.1111/j.1462-2920.2007.01557.x

Berisso, F. E., Schjønning, P., Keller, T., Lamandé, M., Simojoki, A., Iversen, B. V., Alakukku, L., & Forkman, J. (2013). Gas transport and subsoil pore characteristics : Anisotropy and long-term effects of compaction. *Geoderma*, *195-196*, 184-191. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2012.12.002

Besnard, E., Chenu, C., Balesdent, J., Puget, P., & Arrouays, D. (1996). Fate of particulate organic matter in soil aggregates during cultivation. *European Journal of Soil Science*, *47*(4), 495-503. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1996.tb01849.x

Bessou, C., Mary, B., Léonard, J., Roussel, M., Gréhan, E., & Gabrielle, B. (2010). Modelling soil compaction impacts on nitrous oxide emissions in arable fields. *European Journal of Soil Science*, *61*(3), 348-363. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.2010.01243.x

Bhandral, R., Saggar, S., Bolan, N., & Hedley, M. (2007). Transformation of nitrogen and nitrous oxide emission from grassland soils as affected by compaction. *Soil and Tillage Research*, *94*(2), 482-492. https://doi.org/10.1016/j.still.2006.10.006

Bollmann, A., & Conrad, R. (1998). Influence of O_2 availability on NO and N_2O release by nitrification and denitrification in soils. *Global Change Biology*, *4*(4), 387-396. https://doi.org/10.1046/j.1365-2486.1998.00161.x

Borchard, N., Schirrmann, M., Cayuela, M. L., Kammann, C., Wrage-Mönnig, N., Estavillo, J. M., Fuertes-Mendizábal, T., Sigua, G., Spokas, K., Ippolito, J. A., & Novak, J. (2019). Biochar, soil and land-use interactions that reduce nitrate leaching and N2O emissions : A meta-analysis. *Science of The Total Environment*, *651*, 2354-2364. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.10.060

Bornman, J. F., Barnes, P. W., Robinson, S. A., Ballaré, C. L., Flint, S. D., & Caldwell, M. M. (2014). Solar ultraviolet radiation and ozone depletion-driven climate change : Effects on terrestrial ecosystems. *Photochemical & Photobiological Sciences*, *14*(1), 88-107. https://doi.org/10.1039/c4pp90034k

Bouwman, A. F. (1996). Direct emission of nitrous oxide from agricultural soils. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, *46*(1), 53-70. https://doi.org/10.1007/BF00210224

Bouwman, A. F., Fung, I., Matthews, E., & John, J. (1993). Global analysis of the potential for N $_2$ O production in natural soils. *Global Biogeochemical Cycles*, *7*(3), 557-597. https://doi.org/10.1029/93GB01186

Braker, G., & Conrad, R. (2011). Chapter 2—Diversity, Structure, and Size of N2O-Producing Microbial Communities in Soils—What Matters for Their Functioning? In A. I. Laskin, S. Sariaslani, & G. M. Gadd (Éds.), *Advances in Applied Microbiology* (Vol. 75, p. 33-70). Academic Press. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-387046-9.00002-5

Braker, G., Schwarz, J., & Conrad, R. (2010). Influence of temperature on the composition and activity of denitrifying soil communities : Temperature effects on soil denitrifier communities. *FEMS Microbiology Ecology*, no-no. https://doi.org/10.1111/j.1574-6941.2010.00884.x

Bremner, J. M., Robbins, S. G., & Blackmer, A. M. (1980). Seasonal variability in emission of nitrous oxide from soil. *Geophysical Research Letters*, *7*(9), 641-644. https://doi.org/10.1029/GL007i009p00641

Bresson, L. (1987). *Comportement hydrique d'un sol argileux acide : Etude aux différents niveaux d'organisation*. 513-520.

Bruand, A., & Tessier, D. (1996). Structure et porosité du sol. *Encyclopédie des Techniques Agricoles*, *3*, 1140-1164.

Buades, A., Coll, B., & Morel, J.-M. (2011). Non-Local Means Denoising. *Image Processing On Line*, *1*, 208-212. https://doi.org/10.5201/ipol.2011.bcm_nlm

Bucka, F. B., Kölbl, A., Uteau, D., Peth, S., & Kögel-Knabner, I. (2019). Organic matter input determines structure development and aggregate formation in artificial soils. *Geoderma*, *354*, 113881. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2019.113881

Bureau, J. (2017). *Nitrous oxide emissions by agricultural soils : Effect of temperature dynamics; up-scaling measurements from the plot to the landscape*.

Burford, J. R., Dowdell, R. J., & Crees, R. (1981). Emission of nitrous oxide to the atmosphere from direct-drilled and ploughed clay soils. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, *32*(3), 219-223. https://doi.org/10.1002/jsfa.2740320303

Butler, A. H., Daniel, J. S., Portmann, R. W., Ravishankara, A. R., Young, P. J., Fahey, D. W., & Rosenlof, K. H. (2016). Diverse policy implications for future ozone and surface UV in a changing climate. *Environmental Research Letters*, *11*(6), 064017. https://doi.org/10.1088/1748-9326/11/6/064017

Butterbach-Bahl, K., Baggs, E. M., Dannenmann, M., Kiese, R., & Zechmeister-Boltenstern, S. (2013). Nitrous oxide emissions from soils : How well do we understand the processes and their controls? *Philosophical Transactions of the Royal Society B: Biological Sciences*, *368*(1621), 20130122. https://doi.org/10.1098/rstb.2013.0122

Cabello, P., Roldán, M. D., & Moreno-Vivián, C. (2004). Nitrate reduction and the nitrogen cycle in archaea. *Microbiology*, *150*(11), 3527-3546. https://doi.org/10.1099/mic.0.27303-0

Calvet, R. (2003a). *Le sol : Propriétés et fonctions. Constitution, structure, phénomènes aux interfaces* (Vol. 1). France Agricole Editions.

Calvet, R. (2003b). *Le sol : Propriétés et fonctions. Phénomènes physiques et chimiques, applications agronomiques et environnementales* (Vol. 2). France Agricole Editions.

Calvin, K., Dasgupta, D., Krinner, G., Mukherji, A., Thorne, P. W., Trisos, C., Romero, J., Aldunce, P., Barrett, K., Blanco, G., Cheung, W. W. L., Connors, S., Denton, F., Diongue-Niang, A., Dodman, D., Garschagen, M., Geden, O., Hayward, B., Jones, C., … Péan, C. (2023). *IPCC, 2023 : Climate Change 2023: Synthesis Report. Contribution of Working Groups I, II and III to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change [Core Writing Team, H. Lee and J. Romero (eds.)]. IPCC, Geneva, Switzerland.* (First). Intergovernmental Panel on Climate Change (IPCC). https://doi.org/10.59327/IPCC/AR6-9789291691647

Cameron, K., & Buchan, G. (2006). Porosity and pore size distribution. *Encyclopedia of soil science*, *2*, 1350-1353.

Case, S. D. C., McNamara, N. P., Reay, D. S., & Whitaker, J. (2012). The effect of biochar addition on N2O and CO2 emissions from a sandy loam soil – The role of soil aeration. *Soil Biology and Biochemistry*, *51*, 125-134. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2012.03.017

Castellano, M. J., Schmidt, J. P., Kaye, J. P., Walker, C., Graham, C. B., Lin, H., & Dell, C. J. (2010). Hydrological and biogeochemical controls on the timing and magnitude of nitrous oxide flux across an agricultural landscape : CONTROLS ON N2O FLUX. *Global Change Biology*, *16*(10), 2711-2720. https://doi.org/10.1111/j.1365-2486.2009.02116.x

Cavigelli, M. A., & Robertson, G. P. (2001). Role of denitri®er diversity in rates of nitrous oxide consumption in a terrestrial ecosystem. *Soil Biology*, 14.

Cayuela, M. L., Aguilera, E., Sanz-Cobena, A., Adams, D. C., Abalos, D., Barton, L., Ryals, R., Silver, W. L., Alfaro, M. A., Pappa, V. A., Smith, P., Garnier, J., Billen, G., Bouwman, L., Bondeau, A., & Lassaletta, L. (2017). Direct nitrous oxide emissions in Mediterranean climate cropping systems : Emission factors based on a meta-analysis of available measurement data. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, *238*, 25-35. https://doi.org/10.1016/j.agee.2016.10.006

Cayuela, M. L., Sánchez-Monedero, M. A., Roig, A., Hanley, K., Enders, A., & Lehmann, J. (2013). Biochar and denitrification in soils : When, how much and why does biochar reduce N2O emissions? *Scientific Reports*, *3*(1), 1732. https://doi.org/10.1038/srep01732

Cayuela, M. L., Van Zwieten, L., Singh, B. P., Jeffery, S., Roig, A., & Sánchez-Monedero, M. A. (2014). Biochar's role in mitigating soil nitrous oxide emissions : A review and meta-analysis. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, *191*, 5-16. https://doi.org/10.1016/j.agee.2013.10.009

Champely, S., Ekstrom, C., Dalgaard, P., Gill, J., Weibelzahl, S., Anandkumar, A., Ford, C., Volcic, R., & De Rosario, H. (2018). Basic functions for power analysis. *R package Version*, *1*(https://CRAN.R-project.org/package=pwr), 2-2.

Chapuis-Lardy, L., Wrage, N., Metay, A., Chotte, J.-L., & Bernoux, M. (2007). Soils, a sink for N $_2$ O? A review. *Global Change Biology*, *13*(1), 1-17. https://doi.org/10.1111/j.1365-2486.2006.01280.x

Chatskikh, D., & Olesen, J. E. (2007). Soil tillage enhanced CO2 and N2O emissions from loamy sand soil under spring barley. *Soil and Tillage Research*, *97*(1), 5-18. https://doi.org/10.1016/j.still.2007.08.004

Chen, C., Chen, D., Pan, J., & Lam, S. K. (2014). Analysis of factors controlling soil N2O emission by principal component and path analysis method. *Environmental Earth Sciences*, *72*(5), 1511-1517. https://doi.org/10.1007/s12665-014-3056-5

Chen, G., Kolb, L., Cavigelli, M. A., Weil, R. R., & Hooks, C. R. R. (2018). Can conservation tillage reduce N2O emissions on cropland transitioning to organic vegetable production? *Science of The Total Environment*, *618*, 927-940. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.08.296

Chen, Li, X., Hu, F., & Shi, W. (2013). Soil nitrous oxide emissions following crop residue addition : A meta-analysis. *Global Change Biology*, *19*(10), 2956-2964. https://doi.org/10.1111/gcb.12274

Chenu, C., Rumpel, C., & Lehmann, J. (2015). Methods for Studying Soil Organic Matter. In *Soil Microbiology, Ecology and Biochemistry* (p. 383-419). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-415955-6.00013-X

Choi, P. S., Naal, Z., Moore, C., Casado-Rivera, E., Abruña, H. D., Helmann, J. D., & Shapleigh, J. P. (2006). Assessing the Impact of Denitrifier-Produced Nitric Oxide on Other Bacteria. *Applied and Environmental Microbiology*, *72*(3), 2200-2205. https://doi.org/10.1128/AEM.72.3.2200-2205.2006

Clemens, J., Schillinger, M. P., Goldbach, H., & Huwe, B. (1999). Spatial variability of N 2 O emissions and soil parameters of an arable silt loam—A field study. *Biology and Fertility of Soils*, *28*(4), 403-406. https://doi.org/10.1007/s003740050512

Climatik. (2023). https://agroclim.inrae.fr/climatik/. Consulté le 03/10/2023. Unité Agroclim INRAE

Clough, T. J., Sherlock, R. R., & Rolston, D. E. (2005). A Review of the Movement and Fate of N2O in the Subsoil. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, *72*(1), 3-11. https://doi.org/10.1007/s10705-004-7349-z

Conen, F., Dobbie, K. E., & Smith, K. A. (2000). Predicting N $_2$ O emissions from agricultural land through related soil parameters. *Global Change Biology*, *6*(4), 417-426. https://doi.org/10.1046/j.1365-2486.2000.00319.x

Conrad, R. (1996). Soil Microorganisms as Controllers of Atmospheric Trace Gases (H2, CO, CH4, OCS, N2O, and NO). *MICROBIOL. REV.*, *60*, 32.

Corre, M. D., Pennock, D. J., Van Kessel, C., & Kirkelliott, D. (1999). Estimation of annual nitrous oxide emissions from a transitional grassland-forest region in Saskatchewan, Canada. *Biogeochemistry*, *44*(1), 29-49. https://doi.org/10.1007/BF00992997

Cowan, N. J., Famulari, D., Levy, P. E., Anderson, M., Bell, M. J., Rees, R. M., Reay, D. S., & Skiba, U. M. (2014a). An improved method for measuring soil N $_2$ O fluxes using a quantum cascade laser with a dynamic chamber : Dynamic chamber method. *European Journal of Soil Science*, *65*(5), 643-652. https://doi.org/10.1111/ejss.12168

Cowan, N. J., Famulari, D., Levy, P. E., Anderson, M., Bell, M. J., Rees, R. M., Reay, D. S., & Skiba, U. M. (2014b). An improved method for measuring soil N2O fluxes using a quantum cascade laser with a dynamic chamber. *European Journal of Soil Science*, *65*(5), 643-652. https://doi.org/10.1111/ejss.12168

Crestana, S., Mascarenhas, S., & Pozzi-Mucelli, R. S. (1984). *Static and dynamic 3 dimensional studies of water in soil using computed tomographic scanning*. International Centre for Theoretical Physics.

Crutzen, P. J. (1970). The influence of nitrogen oxides on the atmospheric ozone content. *Quarterly Journal of the Royal Meteorological Society*, *96*(408), 320-325. https://doi.org/10.1002/qj.49709640815

Crutzen, P. J. (1971). Ozone production rates in an oxygen-hydrogen-nitrogen oxide atmosphere. *Journal of Geophysical Research*, *76*(30), 7311-7327. https://doi.org/10.1029/JC076i030p07311

Crutzen, P. J., & Ehhalt, D. H. (1977). Effects of Nitrogen Fertilizers and Combustion on the Stratospheric Ozone Layer. *Ambio*, *6*(2/3), 112-117.

Cui, P., Chen, Z., Fan, F., Yin, C., Song, A., Li, T., Zhang, H., & Liang, Y. (2023). Soil texture is an easily overlooked factor affecting the temperature sensitivity of N2O emissions. *Science of The Total Environment*, *862*, 160648. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2022.160648

Davidson, E. A. (1992). Sources of Nitric Oxide and Nitrous Oxide following Wetting of Dry Soil. *Soil Science Society of America Journal*, *56*(1), 95-102. https://doi.org/10.2136/sssaj1992.03615995005600010015x

Davidson, E. A. (2009). The contribution of manure and fertilizer nitrogen to atmospheric nitrous oxide since 1860. *Nature Geoscience*, *2*(9), 659-662. https://doi.org/10.1038/ngeo608

Davidson, E. A., Keller, M., Erickson, H. E., Verchot, L. V., & Veldkamp, E. (2000). Testing a Conceptual Model of Soil Emissions of Nitrous and Nitric Oxides. *BioScience*, *50*(8), 667. https://doi.org/10.1641/0006-3568(2000)050[0667:TACMOS]2.0.CO;2

De Gryze, S., Jassogne, L., Six, J., Bossuyt, H., Wevers, M., & Merckx, R. (2006). Pore structure changes during decomposition of fresh residue : X-ray tomography analyses. *Geoderma*, *134*(1-2), 82-96. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2005.09.002

De Klein, Novoa, C., Ogle, R. S. A., Smith, S., & Rochette, P. (2006). *Chapter 11—N2O emissions from managed soils, and CO2 emissions from lime and urea application. In S. Eggleston, L. Buendia, K. Miwa, T. Ngara, & K. Tanabe (Eds.), V4 agriculture, forestry and other land use, 2006 IPCC guidelines for national greenhouse gas inventories (pp. 11.1–11.54). Institute for Global Environmental Strategies.* 1.

Deepagoda, T. K. K. C., Moldrup, P., Schjønning, P., de Jonge, L. W., Kawamoto, K., & Komatsu, T. (2011). Density-Corrected Models for Gas Diffusivity and Air Permeability in Unsaturated Soil. *Vadose Zone Journal*, *10*(1), 226-238. https://doi.org/10.2136/vzj2009.0137

Denmead, O. T. (2008). Approaches to measuring fluxes of methane and nitrous oxide between landscapes and the atmosphere. *Plant Soil*, 20.

Desjardins, R., Buckley, D., & Amour, G. (1984). Eddy flux measurements of CO2 above corn using a microcomputer system. *Agricultural and Forest Meteorology*, *32*(3-4), 257-265. https://doi.org/10.1016/0168-1923(84)90053-4

Dexter, A. R. (1988). Advances in characterization of soil structure. *Soil and Tillage Research*, *11*(3-4), 199-238. https://doi.org/10.1016/0167-1987(88)90002-5

Dobbie, K. E., & Smith, K. A. (2001). The effects of temperature, water-filled pore space and land use on N2O emissions from an imperfectly drained gleysol. *European Journal of Soil Science*, *52*(4), 667-673. Scopus. https://doi.org/10.1046/j.1365-2389.2001.00395.x

Dörner, J., & Horn, R. (2006). Anisotropy of pore functions in structured Stagnic Luvisols in the Weichselian moraine region in N Germany. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, *169*(2), 213-220. https://doi.org/10.1002/jpln.200521844

Dörsch, P., Braker, G., & Bakken, L. R. (2012). Community-specific pH response of denitrification : Experiments with cells extracted from organic soils. *FEMS Microbiology Ecology*, *79*(2), 530-541. https://doi.org/10.1111/j.1574-6941.2011.01233.x

Du, Y., Guo, S., Wang, R., Song, X., & Ju, X. (2023). Soil pore structure mediates the effects of soil oxygen on the dynamics of greenhouse gases during wetting–drying phases. *Science of The Total Environment*, *895*, 165192. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.165192

Elder, J. W., & Lal, R. (2008). Tillage effects on gaseous emissions from an intensively farmed organic soil in North Central Ohio. *Soil and Tillage Research*, *98*(1), 45-55. https://doi.org/10.1016/j.still.2007.10.003

Engel, A., Rigby, M., Burkholder, J. B., Fernandez, R. P., Froidevaux, L., Hall, B. D., Hossaini, R., Saito, T., Vollmer, M. K., & Yao, B. (2019). Update on Ozone-Depleting Substances (ODSs) and Other Gases of Interest to the Montreal Protocol. In *Scientific Assessment of Ozone Depletion*. World Meteorological Organization. https://ri.conicet.gov.ar/handle/11336/139975

Farquharson, R., & Baldock, J. (2008). Concepts in modelling N2O emissions from land use. *Plant and Soil*, *309*(1-2), 147-167. https://doi.org/10.1007/s11104-007-9485-0

Ferreira, T. R., Cássaro, F. A. M., Zhou, H., & Pires, L. F. (2022). X-ray Computed Tomography Image Processing & Segmentation : A Case Study Applying Machine Learning and Deep Learning-Based Strategies. In S. Jon Mooney, I. M. Young, R. J. Heck, & S. Peth (Éds.), *X-ray Imaging of the Soil Porous Architecture* (p. 57-80). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-031-12176-0_5

Fiedler, S., Vepraskas, M. J., & Richardson, J. L. (2007). Soil Redox Potential : Importance, Field Measurements, and Observations. In D. L. Sparks (Éd.), *Advances in Agronomy* (Vol. 94, p. 1-54). Academic Press. https://doi.org/10.1016/S0065-2113(06)94001-2

Firestone, M. K. (1982). *Biological Denitrification*. 38.

Firestone, M. K., & Davidson, E. A. (1989). Microbiological basis of NO and N 2 O production and consumption in soil. *Exchange of trace gases between terrestrial ecosystems and the atmosphere*, *47*, 7-21.

Fish, A. N., & Koppi, A. J. (1994). The use of a simple field air permeameter as a rapid indicator of functional soil pore space. *Geoderma*, *63*(3-4), 255-264. https://doi.org/10.1016/0016-7061(94)90067-1

Folorunso, O. A., & Rolston, D. E. (1984). Spatial Variability of Field-Measured Denitrification Gas Fluxes. *Soil Science Society of America Journal*, *48*(6), 1214-1219. https://doi.org/10.2136/sssaj1984.03615995004800060002x

Franqueville, D., Benhamou, C., Pasquier, C., Hénault, C., & Drouet, J.-L. (2018). Modelling reactive nitrogen fluxes and mitigation scenarios on a landscape in Central France. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, *264*, 99-110. https://doi.org/10.1016/j.agee.2018.05.019

Frossard, V., Aleya, L., Vallet, A., Henry, P., & Charlier, J.-B. (2020). Impacts of nitrogen loads on the water and biota in a karst river (Loue River, France). *Hydrobiologia*, *847*(11), 2433-2448. https://doi.org/10.1007/s10750-020-04264-4

Gautronneau, Y., & Manichon, H. (1987). *Guide méthodique du profil cultural*. Groupe d'études d'application et de recherche en agriculture.

Géoportail. (2023). *Géoportail*. https://www.geoportail.gouv.fr/. Consulté le 06/10/2023

Gigot, C. (1984). Notice explicative de la feuille Illiers-Combray à 1/50 000. *Orléans, BRGM*.

Giles, M., Morley, N., Baggs, E. M., & Daniell, T. J. (2012). Soil nitrate reducing processes – drivers, mechanisms for spatial variation, and significance for nitrous oxide production. *Frontiers in Microbiology*, *3*. https://doi.org/10.3389/fmicb.2012.00407

Girard, M.-C., Schvartz, C., & Jabiol, B. (2011). *Etude des sols : Description, cartographie, utilisation*. Dunod.

Girard, M.-C., Walter, C., Rémy, J.-C., Berthelin, J., & Morel, J.-L. (2011a). *Sols et environnement - 2e édition - Cours, exercices et études de cas - Livre+compléments en ligne : Cours, exercices corrigés et études de cas*. Dunod.

Girard, Walter, Rémy, Berthelin, & Morel. (2011b). *Sols et environnement-2e édition-Cours, exercices et études de cas-Livre+ compléments en ligne : Cours, exercices corrigés et études de cas*.

Goodroad, L. L., & Keeney, D. R. (1984). Nitrous oxide production in aerobic soils under varying pH, temperature and water content. *Soil Biology and Biochemistry*, *16*(1), 39-43. https://doi.org/10.1016/0038-0717(84)90123-8

Grant, R. F., & Pattey, E. (2008). Temperature sensitivity of N_2O emissions from fertilized agricultural soils : Mathematical modeling in ecosys. *Global Biogeochemical Cycles*, *22*(4), 2008GB003273. https://doi.org/10.1029/2008GB003273

Grave, R. A., Nicoloso, R. D. S., Cassol, P. C., Da Silva, M. L. B., Mezzari, M. P., Aita, C., & Wuaden, C. R. (2018). Determining the effects of tillage and nitrogen sources on soil N 2 O emission. *Soil and Tillage Research*, *175*, 1-12. https://doi.org/10.1016/j.still.2017.08.011

Greenwood, D. (1961). The effect of oxygen concentration on the decomposition of organic materials in soil. *Plant and Soil*, 360-376.

Gregorich, E. G., Rochette, P., St-Georges, P., McKim, U. F., & Chan, C. (2008). Tillage effects on N_2O emission from soils under corn and soybeans in Eastern Canada. *Canadian Journal of Soil Science*, *88*(2), 153-161. https://doi.org/10.4141/CJSS06041

Gregorich, E., Rochette, P., Hopkins, D., Mckim, U., & Stgeorges, P. (2006). Tillage-induced environmental conditions in soil and substrate limitation determine biogenic gas production. *Soil Biology and Biochemistry*, *38*(9), 2614-2628. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2006.03.017

Groffman, P. M., Butterbach-Bahl, K., Fulweiler, R. W., Gold, A. J., Morse, J. L., Stander, E. K., Tague, C., Tonitto, C., & Vidon, P. (2009). Challenges to incorporating spatially and temporally explicit phenomena (hotspots and hot moments) in denitrification models. *Biogeochemistry*, *93*(1-2), 49-77. https://doi.org/10.1007/s10533-008-9277-5

Grossel, A., Nicoullaud, B., Bourennane, H., Lacoste, M., Guimbaud, C., Robert, C., & Hénault, C. (2016). The effect of tile-drainage on nitrous oxide emissions from soils and drainage

streams in a cropped landscape in Central France. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, *230*, 251-260. https://doi.org/10.1016/j.agee.2016.06.015

Grossel, A., Nicoullaud, B., Bourennane, H., Rochette, P., Guimbaud, C., Chartier, M., Catoire, V., & Hénault, C. (2014). Simulating the spatial variability of nitrous oxide emission from cropped soils at the within-field scale using the NOE model. *Ecological Modelling*, *288*, 155-165. https://doi.org/10.1016/j.ecolmodel.2014.06.007

Grundmann, G. L., & Rolston, D. E. (1987). A WATER FUNCTION APPROXIMATION TO DEGREE OF ANAEROBIOSIS ASSOCIATED WITH DENITRIFICATION. *Soil Science*, *144*(6), 437.

Gu, C., & Riley, W. J. (2010). Combined effects of short term rainfall patterns and soil texture on soil nitrogen cycling—A modeling analysis. *Journal of Contaminant Hydrology*, *112*(1-4), 141-154. https://doi.org/10.1016/j.jconhyd.2009.12.003

Gu, J., Loustau, D., Hénault, C., Rochette, P., Cellier, P., Nicoullaud, B., Grossel, A., & Richard, G. (2014). Modeling nitrous oxide emissions from tile-drained winter wheat fields in Central France. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, *98*(1), 27-40. https://doi.org/10.1007/s10705-013-9593-6

Gu, Nicoullaud, B., Rochette, P., Grossel, A., Hénault, C., Cellier, P., & Richard, G. (2013). A regional experiment suggests that soil texture is a major control of N2O emissions from tile-drained winter wheat fields during the fertilization period. *Soil Biology and Biochemistry*, *60*, 134-141. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2013.01.029

Guenet, B., Gabrielle, B., Chenu, C., Arrouays, D., Balesdent, J., Bernoux, M., Bruni, E., Caliman, J., Cardinael, R., Chen, S., Ciais, P., Desbois, D., Fouche, J., Frank, S., Henault, C., Lugato, E., Naipal, V., Nesme, T., Obersteiner, M., … Zhou, F. (2021). Can N_2O emissions offset the benefits from soil organic carbon storage? *Global Change Biology*, *27*(2), 237-256. https://doi.org/10.1111/gcb.15342

Guimbaud, C., Catoire, V., Gogo, S., Robert, C., Chartier, M., Laggoun-Défarge, F., Grossel, A., Albéric, P., Pomathiod, L., Nicoullaud, B., & Richard, G. (2011). A portable infrared laser spectrometer for flux measurements of trace gases at the geosphere–atmosphere interface. *Measurement Science and Technology*, *22*(7), 075601. https://doi.org/10.1088/0957-0233/22/7/075601

Guo, B., Zheng, X., Yu, J., Ding, H., Pan, B., Luo, S., & Zhang, Y. (2020). Dissolved organic carbon enhances both soil N2O production and uptake. *Global Ecology and Conservation*, *24*, e01264. https://doi.org/10.1016/j.gecco.2020.e01264

Hansen, M., Clough, T. J., & Elberling, B. (2014). Flooding-induced N2O emission bursts controlled by pH and nitrate in agricultural soils. *Soil Biology and Biochemistry*, *69*, 17-24. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2013.10.031

Harris, E., Diaz-Pines, E., Stoll, E., Schloter, M., Schulz, S., Duffner, C., Li, K., Moore, K. L., Ingrisch, J., Reinthaler, D., Zechmeister-Boltenstern, S., Glatzel, S., Brüggemann, N., & Bahn, M. (2021). Denitrifying pathways dominate nitrous oxide emissions from managed grassland during drought and rewetting. *Science Advances*, *7*(6), eabb7118. https://doi.org/10.1126/sciadv.abb7118

Harter, J., Guzman-Bustamante, I., Kuehfuss, S., Ruser, R., Well, R., Spott, O., Kappler, A., & Behrens, S. (2016). Gas entrapment and microbial N2O reduction reduce N2O emissions from a biochar-amended sandy clay loam soil. *Scientific Reports*, *6*(1), 39574. https://doi.org/10.1038/srep39574

Harter, J., Krause, H.-M., Schuettler, S., Ruser, R., Fromme, M., Scholten, T., Kappler, A., & Behrens, S. (2014). Linking N2O emissions from biochar-amended soil to the structure and function of the N-cycling microbial community. *The ISME Journal*, *8*(3), 660-674. https://doi.org/10.1038/ismej.2013.160

Hayatsu, M., Tago, K., & Saito, M. (2008). Various players in the nitrogen cycle : Diversity and functions of the microorganisms involved in nitrification and denitrification. *Soil Science and Plant Nutrition*, *54*(1), 33-45. https://doi.org/10.1111/j.1747-0765.2007.00195.x

Hedin, L. O., Von Fischer, J. C., Ostrom, N. E., Kennedy, B. P., Brown, M. G., & Robertson, G. P. (1998). THERMODYNAMIC CONSTRAINTS ON NITROGENTRANSFORMATIONS AND OTHER BIOGEOCHEMICALPROCESSES AT SOIL–STREAM INTERFACES. *Ecology*, *79*(2), 684-703. https://doi.org/10.1890/0012-9658(1998)079[0684:TCONAO]2.0.CO;2

Heincke, M., & Kaupenjohann, M. (1999). *Effects of soil solution on the dynamics of N2O emissions : A review*. 25.

Helliwell, J. R., Sturrock, C. J., Grayling, K. M., Tracy, S. R., Flavel, R. J., Young, I. M., Whalley, W. R., & Mooney, S. J. (2013). Applications of X-ray computed tomography for examining biophysical interactions and structural development in soil systems : A review. *European Journal of Soil Science*, *64*(3), 279-297. https://doi.org/10.1111/ejss.12028

Henault, C., Bizouard, F., Laville, P., Gabrielle, B., Nicoullaud, B., Germon, J. C., & Cellier, P. (2005). Predicting in situ soil N2O emission using NOE algorithm and soil database. *Global Change Biology*, *11*(1), 115-127. https://doi.org/10.1111/j.1365-2486.2004.00879.x

Hénault, C., Bourennane, H., Ayzac, A., Ratié, C., Saby, N. P. A., Cohan, J.-P., Eglin, T., & Gall, C. L. (2019). Management of soil pH promotes nitrous oxide reduction and thus mitigates soil emissions of this greenhouse gas. *Scientific Reports*, *9*(1), 20182. https://doi.org/10.1038/s41598-019-56694-3

Henault, C., Devis, X., Page, S., Justes, E., Reau, R., & Germon, J. C. (1998). Nitrous oxide emissions under different soil and land management conditions. *Biology and Fertility of Soils*, *26*(3), 199-207. https://doi.org/10.1007/s003740050368

Hénault, C., & Germon, J. C. (2000). NEMIS, a predictive model of denitrification on the field scale : A model of denitrification in soils. *European Journal of Soil Science*, *51*(2), 257-270. https://doi.org/10.1046/j.1365-2389.2000.00314.x

Hénault, C., Grossel, A., Mary, B., Roussel, M., & Léonard, J. (2012). Nitrous Oxide Emission by Agricultural Soils : A Review of Spatial and Temporal Variability for Mitigation. *Pedosphere*, *22*(4), 426-433. https://doi.org/10.1016/S1002-0160(12)60029-0

Hensen, A., Skiba, U., & Famulari, D. (2013). Low cost and state of the art methods to measure nitrous oxide emissions. *Environmental Research Letters*, *8*(2), 025022. https://doi.org/10.1088/1748-9326/8/2/025022

Hergoualc'h, K., Mueller, N., Bernoux, M., Kasimir, Ä., Van Der Weerden, T. J., & Ogle, S. M. (2021). Improved accuracy and reduced uncertainty in greenhouse gas inventories by refining the IPCC emission factor for direct N $_2$ O emissions from nitrogen inputs to managed soils. *Global Change Biology*, *27*(24), 6536-6550. https://doi.org/10.1111/gcb.15884

Hernandez-Ramirez, G., Ruser, R., & Kim, D.-G. (2021). How does soil compaction alter nitrous oxide fluxes? A meta-analysis. *Soil and Tillage Research*, *211*, 105036. https://doi.org/10.1016/j.still.2021.105036

Herve, M. (2022). *RVAideMemoire : Testing and plotting procedures for biostatistics. R package*. https://cran.r-project.org/web/packages/RVAideMemoire/index.html

Højberg, O., Revsbech, N. P., & Tiedje, J. M. (1994). Denitrification in Soil Aggregates Analyzed with Microsensors for Nitrous Oxide and Oxygen. *Soil Science Society of America Journal*, *58*(6), 1691-1698. https://doi.org/10.2136/sssaj1994.03615995005800060016x

Hopmans, J. W., Cislerova, M., & Vogel, T. (1994). X-Ray Tomography of Soil Properties. In *Tomography of Soil-Water-Root Processes* (p. 17-28). John Wiley & Sons, Ltd. https://doi.org/10.2136/sssaspecpub36.c3

Houston, A. N., Schmidt, S., Tarquis, A. M., Otten, W., Baveye, P. C., & Hapca, S. M. (2013). Effect of scanning and image reconstruction settings in X-ray computed microtomography on quality and segmentation of 3D soil images. *Geoderma*, *207-208*, 154-165. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2013.05.017

Husson, O. (2013). Redox potential (Eh) and pH as drivers of soil/plant/microorganism systems : A transdisciplinary overview pointing to integrative opportunities for agronomy. *Plant and Soil*, *362*(1-2), 389-417. https://doi.org/10.1007/s11104-012-1429-7

Husson, O., Husson, B., Brunet, A., Babre, D., Alary, K., Sarthou, J.-P., Charpentier, H., Durand, M., Benada, J., & Henry, M. (2016). Practical improvements in soil redox potential (Eh) measurement for characterisation of soil properties. Application for comparison of conventional and conservation agriculture cropping systems. *Analytica Chimica Acta*, *906*, 98-109. https://doi.org/10.1016/j.aca.2015.11.052

Hutchinson, G. L., & Mosier, A. R. (1979). Nitrous Oxide Emissions from an Irrigated Cornfield. *Science*, *205*(4411), 1125-1127. https://doi.org/10.1126/science.205.4411.1125

Hutchinson, G. L., & Mosier, A. R. (1981). Improved Soil Cover Method for Field Measurement of Nitrous Oxide Fluxes. *Soil Science Society of America Journal*, *45*(2), 311-316. https://doi.org/10.2136/sssaj1981.03615995004500020017x

Inik, O., İnik, Ö., Öztaş, T., Demir, Y., & Yüksel, A. (2023). Prediction of Soil Organic Matter with Deep Learning. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 1-21.

IPCC. (2022). *Climate Change 2022 – Impacts, Adaptation and Vulnerability : Working Group II Contribution to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change* (1re éd.). Cambridge University Press. https://doi.org/10.1017/9781009325844

IPCC. (2023). *Climate Change 2023 : Synthesis Report. Contribution of Working Groups I, II and III to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change [Core Writing Team, H. Lee and J. Romero (eds.)]. IPCC, Geneva, Switzerland.* (First, p. 184). https://doi.org/10.59327/IPCC/AR6-9789291691647

IUSS Working Group WRB. (2015). World reference base for soil resources : International soil classification system for naming soils and creating legends for soil maps. *International Union of Soil Sciences (IUSS)*, *3rd edition, Rome, Italy*. https://wrb.isric.org/documents/

IUSS Working Group WRB. (2022). World Reference Base for Soil Resources. International soil classification system for naming soils and creating legends for soil maps. *International Union of Soil Sciences (IUSS)*, *4th edition, Vienna, Austria*. https://wrb.isric.org/documents/

Iversen, B. V., Moldrup, P., Schjønning, P., & Loll, P. (2001). Air and water permeability in differently textured soils at two measurement scales. *Soil Science*, *166*(10), 643-659. https://doi.org/10.1097/00010694-200110000-00001

Izaurralde, R. C., Lemke, R. L., Goddard, T. W., McConkey, B., & Zhang, Z. (2004). Nitrous Oxide Emissions from Agricultural Toposequences in Alberta and Saskatchewan. *Soil Science Society of America Journal*, *68*(4), 1285-1294. https://doi.org/10.2136/sssaj2004.1285

Jackson, D. F., & Hawkes, D. J. (1981). *X-RAY ArIENUATION COEFFICIENTS OF ELEMENTS AND MIXTURES*.

Jamagne, M. (2011). Grands paysages pédologiques de France. *Grands paysages pédologiques de France*, 1-598.

Jamali, H., Quayle, W., Scheer, C., Rowlings, D., & Baldock, J. (2016). Effect of soil texture and wheat plants on N2O fluxes : A lysimeter study. *Agricultural and Forest Meteorology*, *223*, 17-29. https://doi.org/10.1016/j.agrformet.2016.03.022

Janz, B., Havermann, F., Lashermes, G., Zuazo, P., Engelsberger, F., Torabi, S. M., & Butterbach-Bahl, K. (2022). Effects of crop residue incorporation and properties on combined soil gaseous N2O, NO, and NH3 emissions—A laboratory-based measurement approach. *Science of The Total Environment*, *807*, 151051. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151051

Jarvis, N., Larsbo, M., & Koestel, J. (2017). Connectivity and percolation of structural pore networks in a cultivated silt loam soil quantified by X-ray tomography. *Geoderma*, *287*, 71-79. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2016.06.026

Johannes, A., Weisskopf, P., Schulin, R., & Boivin, P. (2019). Soil structure quality indicators and their limit values. *Ecological Indicators*, *104*, 686-694. https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2019.05.040

Kaiser, E.-A., & Heinemeyer, O. (1996). *Temporal changes in N20-losses from two arable soils*.

Kaiser, & Kalbitz. (2012). Cycling downwards – dissolved organic matter in soils. *Soil Biology and Biochemistry*, *52*, 29-32. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2012.04.002

Kassambara, A. (2018). Ggpubr:'ggplot2'based publication ready plots. *R package version*, *https://CRAN.R-project.org/package=ggpubr*, 2.

Katuwal, S., Norgaard, T., Moldrup, P., Lamandé, M., Wildenschild, D., & De Jonge, L. W. (2015). Linking air and water transport in intact soils to macropore characteristics inferred from X-ray computed tomography. *Geoderma*, *237-238*, 9-20. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2014.08.006

Kawamoto, K., Moldrup, P., Schjønning, P., Iversen, B. V., Komatsu, T., & Rolston, D. E. (2006). Gas Transport Parameters in the Vadose Zone : Development and Tests of Power-Law Models for Air Permeability. *Vadose Zone Journal*, *5*(4), 1205-1215. https://doi.org/10.2136/vzj2006.0030

Keller, T., Hüppi, R., & Leifeld, J. (2019). Relationship between greenhouse gas emissions and changes in soil gas diffusivity in a field experiment with biochar and lime. *Journal of*

Plant Nutrition and Soil Science, *182*(4), 667-675. https://doi.org/10.1002/jpln.201800538

Kim, K., Gil, J., Ostrom, N. E., Gandhi, H., Oerther, M. S., Kuzyakov, Y., Guber, A. K., & Kravchenko, A. N. (2022). Soil pore architecture and rhizosphere legacy define N2O production in root detritusphere. *Soil Biology and Biochemistry*, *166*, 108565. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2022.108565

Kim, K., Guber, A., Rivers, M., & Kravchenko, A. (2020). Contribution of decomposing plant roots to N2O emissions by water absorption. *Geoderma*, *375*, 114506. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2020.114506

Kitzler, B., Zechmeister-Boltenstern, S., Holtermann, C., Skiba, U., & Butterbach-Bahl, K. (2006). *Nitrogen oxides emission from two beech forests subjected to different nitrogen loads*.

Klefoth, R. R., Clough, T. J., Oenema, O., & Van Groenigen, J.-W. (2014). Soil Bulk Density and Moisture Content Influence Relative Gas Diffusivity and the Reduction of Nitrogen-15 Nitrous Oxide. *Vadose Zone Journal*, *13*(11), vzj2014.07.0089. https://doi.org/10.2136/vzj2014.07.0089

Knowles, R. (1982). Denitrification. *MICROBIOL. REV.*, *46*, 28.

Koestel, J., Larsbo, M., & Jarvis, N. (2020). Scale and REV analyses for porosity and pore connectivity measures in undisturbed soil. *Geoderma*, *366*, 114206. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2020.114206

Kool, D. M., Dolfing, J., Wrage, N., & Van Groenigen, J. W. (2011). Nitrifier denitrification as a distinct and significant source of nitrous oxide from soil. *Soil Biology and Biochemistry*, *43*(1), 174-178. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2010.09.030

Kralova, M., Masscheleyn, P. H., Lindau, C. W., & Patrick, W. H. (1992). Production of dinitrogen and nitrous oxide in soil suspensions as affected by redox potential. *Water, Air, and Soil Pollution*, *61*(1-2), 37-45. https://doi.org/10.1007/BF00478364

Kravchenko, A. N., Guber, A. K., Quigley, M. Y., Koestel, J., Gandhi, H., & Ostrom, N. E. (2018). X-ray computed tomography to predict soil N_2O production via bacterial denitrification and N_2O emission in contrasting bioenergy cropping systems. *GCB Bioenergy*, *10*(11), 894-909. https://doi.org/10.1111/gcbb.12552

Kravchenko, A. N., Negassa, W. C., Guber, A. K., & Rivers, M. L. (2015). Protection of soil carbon within macro-aggregates depends on intra-aggregate pore characteristics. *Scientific Reports*, *5*(1), 16261. https://doi.org/10.1038/srep16261

Kravchenko, A. N., Negassa, W., Guber, A. K., & Schmidt, S. (2014). New Approach to Measure Soil Particulate Organic Matter in Intact Samples Using X-ray Computed Microtomography. *Soil Science Society of America Journal*, *78*(4), 1177-1185. https://doi.org/10.2136/sssaj2014.01.0039

Kravchenko, A. N., Toosi, E. R., Guber, A. K., Ostrom, N. E., Yu, J., Azeem, K., Rivers, M. L., & Robertson, G. P. (2017). Hotspots of soil N2O emission enhanced through water absorption by plant residue. *Nature Geoscience*, *10*(7), 496-500. https://doi.org/10.1038/ngeo2963

Kravchenko, Otten, W., Garnier, P., Pot, V., & Baveye, P. C. (2019). Soil aggregates as biogeochemical reactors : Not a way forward in the research on soil–atmosphere

exchange of greenhouse gases. *Global Change Biology*, *25*(7), 2205-2208. https://doi.org/10.1111/gcb.14640

Krichels, A. H., & Yang, W. H. (2019). Dynamic controls on field-scale soil nitrous oxide hot spots and hot moments across a microtopographic gradient. *Journal of Geophysical Research: Biogeosciences*, *124*(11), 3618-3634.

Kroon, P. S., Hensen, A., Van Den Bulk, W. C. M., Jongejan, P. A. C., & Vermeulen, A. T. (2008). The importance of reducing the systematic error due to non-linearity in N2O flux measurements by static chambers. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, *82*(2), 175-186. https://doi.org/10.1007/s10705-008-9179-x

Krysztofiak, G., Catoire, V., Dudok De Wit, T., Kinnison, D. E., Ravishankara, A. R., Brocchi, V., Atlas, E., Bozem, H., Commane, R., D'Amato, F., Daube, B., Diskin, G. S., Engel, A., Friedl-Vallon, F., Hintsa, E., Hurst, D. F., Hoor, P., Jegou, F., Jucks, K. W., … Wofsy, S. C. (2023). N2O Temporal Variability from the Middle Troposphere to the Middle Stratosphere Based on Airborne and Balloon-Borne Observations during the Period 1987–2018. *Atmosphere*, *14*(3), 585. https://doi.org/10.3390/atmos14030585

Kurganova, I. N., & Lopes De Gerenyu, V. O. (2010). Effect of the temperature and moisture on the N2O emission from some arable soils. *Eurasian Soil Science*, *43*(8), 919-928. https://doi.org/10.1134/S1064229310080090

Kuzyakov, Y., & Blagodatskaya, E. (2015). Microbial hotspots and hot moments in soil : Concept & review. *Soil Biology and Biochemistry*, *83*, 184-199. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2015.01.025

Lai, T. V., & Denton, M. D. (2018). N2O and N2 emissions from denitrification respond differently to temperature and nitrogen supply. *Journal of Soils and Sediments*, *18*(4), 1548-1557. https://doi.org/10.1007/s11368-017-1863-5

Lamandé, M., Schjønning, P., Dal Ferro, N., & Morari, F. (2021). Soil pore system evaluated from gas measurements and CT images : A conceptual study using artificial, natural and 3D -printed soil cores. *European Journal of Soil Science*, *72*(2), 769-781. https://doi.org/10.1111/ejss.12999

Larsbo, M., Koestel, J., & Jarvis, N. (2014). Relations between macropore network characteristics and the degree of preferential solute transport. *Hydrology and Earth System Sciences*, *18*(12), 5255-5269. https://doi.org/10.5194/hess-18-5255-2014

Laville, P., Lehuger, S., Loubet, B., Chaumartin, F., & Cellier, P. (2011). Effect of management, climate and soil conditions on N2O and NO emissions from an arable crop rotation using high temporal resolution measurements. *Agricultural and Forest Meteorology*, *151*(2), 228-240. https://doi.org/10.1016/j.agrformet.2010.10.008

Lee, R. (1978). *Forest microclimatology*. Columbia University Press.

Legland, D., Arganda-Carreras, I., & Andrey, P. (2016). MorphoLibJ : Integrated library and plugins for mathematical morphology with ImageJ. *Bioinformatics*, *32*(22), 3532-3534. https://doi.org/10.1093/bioinformatics/btw413

Leuther, F., & Schlüter, S. (2021). Impact of freeze–thaw cycles on soil structure and soil hydraulic properties. *SOIL*, *7*(1), 179-191. https://doi.org/10.5194/soil-7-179-2021

Li. (2007). Quantifying greenhouse gas emissions from soils : Scientific basis and modeling approach. *Soil Science and Plant Nutrition*, *53*(4), 344-352. https://doi.org/10.1111/j.1747-0765.2007.00133.x

Li, Y., Fu, X., Liu, X., Shen, J., Luo, Q., Xiao, R., Li, Y., Tong, C., & Wu, J. (2013). Spatial variability and distribution of N2O emissions from a tea field during the dry season in subtropical central China. *Geoderma*, *193-194*, 1-12. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2012.10.008

Li, Y., Tian, H., Yao, Y., Shi, H., Bian, Z., Shi, Y., Wang, S., Maavara, T., Lauerwald, R., & Pan, S. (2024). Increased nitrous oxide emissions from global lakes and reservoirs since the pre-industrial era. *Nature Communications*, *15*(1), 942. https://doi.org/10.1038/s41467-024-45061-0

Liao, P.-S., Chen, T.-S., & Chung, P.-C. (2001). A fast algorithm for multilevel thresholding. *J. Inf. Sci. Eng.*, *17*(5), 713-727.

Lide, D. R., Baysinger, G., Chemistry, S., Berger, L. I., Goldberg, R. N., & Kehiaian, H. V. (2005). *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 2661.

Linn, D. M., & Doran, J. W. (1984). Effect of Water-Filled Pore Space on Carbon Dioxide and Nitrous Oxide Production in Tilled and Nontilled Soils. *Soil Science Society of America Journal*, *48*(6), 1267-1272. https://doi.org/10.2136/sssaj1984.03615995004800060013x

Liu, B., Frostegård, Å., & Bakken, L. R. (2014). Impaired Reduction of N_2O to N_2 in Acid Soils Is Due to a Posttranscriptional Interference with the Expression of *nosZ*. *mBio*, *5*(3), e01383-14. https://doi.org/10.1128/mBio.01383-14

Liu, X. J., Mosier, A. R., Halvorson, A. D., Reule, C. A., & Zhang, F. S. (2007). Dinitrogen and N2O emissions in arable soils : Effect of tillage, N source and soil moisture. *Soil Biology and Biochemistry*, *39*(9), 2362-2370. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2007.04.008

Liu, X. J., Mosier, A. R., Halvorson, A. D., & Zhang, F. S. (2006). The Impact of Nitrogen Placement and Tillage on NO, N2O, CH4 and CO2 Fluxes from a Clay Loam Soil. *Plant and Soil*, *280*(1-2), 177-188. https://doi.org/10.1007/s11104-005-2950-8

Lognoul, M., Theodorakopoulos, N., Hiel, M.-P., Regaert, D., Broux, F., Heinesch, B., Bodson, B., Vandenbol, M., & Aubinet, M. (2017). Impact of tillage on greenhouse gas emissions by an agricultural crop and dynamics of N2O fluxes : Insights from automated closed chamber measurements. *Soil and Tillage Research*, *167*, 80-89. https://doi.org/10.1016/j.still.2016.11.008

Lucas, M., Schlüter, S., Vogel, H.-J., & Vetterlein, D. (2019). Soil structure formation along an agricultural chronosequence. *Geoderma*, *350*, 61-72. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2019.04.041

Lucas, M., Vetterlein, D., Vogel, H.-J., & Schlüter, S. (2020). Revealing pore connectivity across scales and resolutions with X-ray CT. *European Journal of Soil Science*. https://doi.org/10.1111/ejss.12961

Maag, M., & Vinther, F. P. (1996). Nitrous oxide emission by nitrification and denitrification in different soil types and at different soil moisture contents and temperatures. *Applied Soil Ecology*, *4*(1), 5-14. https://doi.org/10.1016/0929-1393(96)00106-0

Machefert, S. E., Dise, N. B., Goulding, K. W. T., & Whitehead, P. G. (2002). Nitrous oxide emission from a range of land uses across Europe. *Hydrology and Earth System Sciences*, *6*(3), 325-338. https://doi.org/10.5194/hess-6-325-2002

MacKenzie, A. F., Fan, M. X., & Cadrin, F. (1998). Nitrous Oxide Emission in Three Years as Affected by Tillage, Corn-Soybean-Alfalfa Rotations, and Nitrogen Fertilization. *Journal*

of Environmental Quality, *27*(3), 698-703. https://doi.org/10.2134/jeq1998.00472425002700030029x

Maeda, K., Spor, A., Edel-Hermann, V., Heraud, C., Breuil, M.-C., Bizouard, F., Toyoda, S., Yoshida, N., Steinberg, C., & Philippot, L. (2015). N2O production, a widespread trait in fungi. *Scientific Reports*, *5*(1), 9697. https://doi.org/10.1038/srep09697

Martínez, I., Chervet, A., Weisskopf, P., Sturny, W. G., Rek, J., & Keller, T. (2016). Two decades of no-till in the Oberacker long-term field experiment : Part II. Soil porosity and gas transport parameters. *Soil and Tillage Research*, *163*, 130-140. https://doi.org/10.1016/j.still.2016.05.020

Masís-Meléndez, F., de Jonge, L. W., Chamindu Deepagoda, T. K. K., Tuller, M., & Moldrup, P. (2015). Effects of Soil Bulk Density on Gas Transport Parameters and Pore-Network Properties across a Sandy Field Site. *Vadose Zone Journal*, *14*(7), vzj2014.09.0128. https://doi.org/10.2136/vzj2014.09.0128

Matthias, A. D., Blackmer, A. M., & Bremner, J. M. (1980). A Simple Chamber Technique for Field Measurement of Emissions of Nitrous Oxide from Soils. *Journal of Environmental Quality*, *9*(2), 251-256. https://doi.org/10.2134/jeq1980.00472425000900020017x

McDaniel, M. D. (2017). *Quantifying and predicting spatio-temporal variability of soil CH4 and N2O fluxes from a seemingly homogeneous Australian agricultural field*. 12.

McKenzie, R., Bernhard, G., Liley, B., Disterhoft, P., Rhodes, S., Bais, A., Morgenstern, O., Newman, P., Oman, L., Brogniez, C., & Simic, S. (2019). Success of Montreal Protocol Demonstrated by Comparing High-Quality UV Measurements with "World Avoided" Calculations from Two Chemistry-Climate Models. *Scientific Reports*, *9*(1), 12332. https://doi.org/10.1038/s41598-019-48625-z

Météo-France. (2023). https://meteofrance.com/comprendre-climat/france/le-climat-en-france-metropolitaine. Consulté le 2023-10-03.

Moldrup, P., Olesen, T., Komatsu, T., Schjønning, P., & Rolston, D. E. (2001). Tortuosity, Diffusivity, and Permeability in the Soil Liquid and Gaseous Phases. *Soil Science Society of America Journal*, *65*(3), 613-623. https://doi.org/10.2136/sssaj2001.653613x

Mooney, S. J., Pridmore, T. P., Helliwell, J., & Bennett, M. J. (2012). Developing X-ray Computed Tomography to non-invasively image 3-D root systems architecture in soil. *Plant and Soil*, *352*(1-2), 1-22. https://doi.org/10.1007/s11104-011-1039-9

Nakazawa, M. (2023). *Functions for Medical Statistics Book with Some Demographic Data : Package "fmsb." R package version 0.7.5.* https://CRAN.R-project.org/package=fmsb

Naveed, M., Moldrup, P., Vogel, H.-Jö., Lamandé, M., Wildenschild, D., Tuller, M., & De Jonge, L. W. (2014). Impact of long-term fertilization practice on soil structure evolution. *Geoderma*, *217-218*, 181-189. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2013.12.001

Nawaz, M. F., Bourrié, G., & Trolard, F. (2013). Soil compaction impact and modelling. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, *33*(2), 291-309. https://doi.org/10.1007/s13593-011-0071-8

Ortega-Ramírez, P., Pot, V., Laville, P., Schlüter, S., Amor-Quiroz, D. A., Hadjar, D., Mazurier, A., Lacoste, M., Caurel, C., & Pouteau, V. (2023). Pore distances of particulate organic matter predict N2O emissions from intact soil at moist conditions. *Geoderma*, *429*, 116224.

Otsu, N. (1979). A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE transactions on systems, man, and cybernetics*, *9*(1), 62-66.

Palka, L. (2020). *Le peuple microbien - - Laurent Palka (EAN13 : 9782759232222) | Librairie Quae : des livres au coeur des sciences*. Librairie Quae.

Paradelo, M., Katuwal, S., Moldrup, P., Norgaard, T., Herath, L., & de Jonge, L. W. (2016). X-ray CT-Derived Soil Characteristics Explain Varying Air, Water, and Solute Transport Properties across a Loamy Field. *Vadose Zone Journal*, *15*(4), vzj2015.07.0104. https://doi.org/10.2136/vzj2015.07.0104

Parkin, T. B. (1987). Soil Microsites as a Source of Denitrification Variability. *Soil Science Society of America Journal*, *51*(5), 1194-1199. https://doi.org/10.2136/sssaj1987.03615995005100050019x

Parkin, T. B. (1993). Spatial Variability of Microbial Processes in Soil—A Review. *Journal of Environmental Quality*, *22*(3), 409-417. https://doi.org/10.2134/jeq1993.00472425002200030004x

Parkin, T. B., & Robinson, J. A. (1992). Analysis of Lognormal Data. In B. A. Stewart (Éd.), *Advances in Soil Science : Volume 20* (p. 193-235). Springer. https://doi.org/10.1007/978-1-4612-2930-8_4

Parsons, L. L., Smith, M. S., & Murray, R. E. (1991). Soil Denitrification Dynamics : Spatial and Temporal Variations of Enzyme Activity, Populations, and Nitrogen Gas Loss. *Soil Science Society of America Journal*, *55*(1), 90-95. https://doi.org/10.2136/sssaj1991.03615995005500010016x

Pavelka, M., Acosta, M., Kiese, R., Altimir, N., Brümmer, C., Crill, P., Darenova, E., Fuß, R., Gielen, B., & Graf, A. (2018). Standardisation of chamber technique for CO2, N2O and CH4 fluxes measurements from terrestrial ecosystems. *International Agrophysics*.

Pedersen, A. R., Petersen, S. O., & Schelde, K. (2010). A comprehensive approach to soil-atmosphere trace-gas flux estimation with static chambers. *European Journal of Soil Science*, *61*(6), 888-902. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.2010.01291.x

Petersen, S. O., Ambus, P., Elsgaard, L., Schjønning, P., & Olesen, J. E. (2013). Long-term effects of cropping system on N2O emission potential. *Soil Biology and Biochemistry*, *57*, 706-712. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2012.08.032

Petersen, S., Schjonning, P., Thomsen, I., & Christensen, B. (2008). Nitrous oxide evolution from structurally intact soil as influenced by tillage and soil water content. *Soil Biology and Biochemistry*, *40*(4), 967-977. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2007.11.017

Peth, S., Chenu, C., Leblond, N., Mordhorst, A., Garnier, P., Nunan, N., Pot, V., Ogurreck, M., & Beckmann, F. (2014). Localization of soil organic matter in soil aggregates using synchrotron-based X-ray microtomography. *Soil Biology and Biochemistry*, *78*, 189-194. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2014.07.024

Philippot, L., Hallin, S., & Schloter, M. (2007). Ecology of Denitrifying Prokaryotes in Agricultural Soil. In *Advances in Agronomy* (Vol. 96, p. 249-305). Elsevier. https://doi.org/10.1016/S0065-2113(07)96003-4

Pihlatie, M., Syväsalo, E., Simojoki, A., Esala, M., & Regina, K. (2004). Contribution of nitrification and denitrification to N $_2$ O production in peat, clay and loamy sand soils under different soil moisture conditions. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, *70*(2), 135-141. https://doi.org/10.1023/B:FRES.0000048475.81211.3c

Pires, L. F., Borges, J. A. R., Bacchi, O. O. S., & Reichardt, K. (2010). Twenty-five years of computed tomography in soil physics : A literature review of the Brazilian contribution. *Soil and Tillage Research*, *110*(2), 197-210. https://doi.org/10.1016/j.still.2010.07.013

Poinçot, F. (2019). *Le contrôle des émissions de N_2O par l'état structural des sols* [These de doctorat, Orléans]. https://www.theses.fr/2019ORLE2001

Portillo, M. C., Leff, J. W., Lauber, C. L., & Fierer, N. (2013). Cell Size Distributions of Soil Bacterial and Archaeal Taxa. *Applied and Environmental Microbiology*, *79*(24), 7610-7617. https://doi.org/10.1128/AEM.02710-13

Pot, V., Zhong, X., & Baveye, P. C. (2020). Effect of resolution, reconstruction settings, and segmentation methods on the numerical calculation of saturated soil hydraulic conductivity from 3D computed tomography images. *Geoderma*, *362*, 114089. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2019.114089

Prather, M. J., Hsu, J., DeLuca, N. M., Jackman, C. H., Oman, L. D., Douglass, A. R., Fleming, E. L., Strahan, S. E., Steenrod, S. D., Søvde, O. A., Isaksen, I. S. A., Froidevaux, L., & Funke, B. (2015). Measuring and modeling the lifetime of nitrous oxide including its variability. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres*, *120*(11), 5693-5705. https://doi.org/10.1002/2015JD023267

Pritchard, D. T., & Currie, J. A. (1982). Diffusion of coefficients of carbon dioxide, nitrous oxide, ethylene and ethane in air and their measurement. *Journal of Soil Science*, *33*(2), 175-184. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1982.tb01757.x

Pulido-Moncada, M., Petersen, S. O., & Munkholm, L. J. (2022). Soil compaction raises nitrous oxide emissions in managed agroecosystems. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, *42*(3), 38. https://doi.org/10.1007/s13593-022-00773-9

R Core Team, R. C. (2022). R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. *http://www. R-project. org/*.

Rabot, E. (2014). *Le contrôle des émissions de protoxyde d'azote par le fonctionnement hydrique des sols*. 137.

Rabot, E., Cousin, I., & Hénault, C. (2015). A modeling approach of the relationship between nitrous oxide fluxes from soils and the water-filled pore space. *Biogeochemistry*, *122*(2-3), 395-408. https://doi.org/10.1007/s10533-014-0048-1

Rabot, E., Hénault, C., & Cousin, I. (2014). Temporal Variability of Nitrous Oxide Emissionsby Soils as Affected by Hydric History. *Soil Science Society of America Journal*, *78*(2), 434-444. https://doi.org/10.2136/sssaj2013.07.0311

Rabot, E., Hénault, C., & Cousin, I. (2016). Effect of the soil water dynamics on nitrous oxide emissions. *Geoderma*, *280*, 38-46. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2016.06.012

Rabot, E., Wiesmeier, M., Schlüter, S., & Vogel, H.-J. (2018). Soil structure as an indicator of soil functions : A review. *Geoderma*, *314*, 122-137. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2017.11.009

Rabot, Lacoste, Hénault, & Cousin. (2015). Using X-ray Computed Tomography to Describe the Dynamics of Nitrous Oxide Emissions during Soil Drying. *Vadose Zone Journal*, *14*(8). https://doi.org/10.2136/vzj2014.12.0177

Raper, R. L. (2005). SUBSOILING. In D. Hillel (Éd.), *Encyclopedia of Soils in the Environment* (p. 69-76). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B0-12-348530-4/00267-8

Ravishankara, A. R., Daniel, J. S., & Portmann, R. W. (2009). Nitrous Oxide (N2O) : The Dominant Ozone-Depleting Substance Emitted in the 21st Century. *Science*, *326*(5949), 123-125. https://doi.org/10.1126/science.1176985

Ravishankara, A. R., Pele, A.-L., Zhou, L., Ren, Y., Zogka, A., Daële, V., Idir, M., Brown, S. S., Romanias, M. N., & Mellouki, A. (2019). Atmospheric loss of nitrous oxide (N2O) is not influenced by its potential reactions with OH and NO3 radicals. *Physical Chemistry Chemical Physics*, *21*(44), 24592-24600. https://doi.org/10.1039/C9CP04818A

Robb, R. A. (1982). X-Ray Computed Tomography : From Basic Principles to Applications. *Annual Review of Biophysics and Bioengineering*, *11*(1), 177-201. https://doi.org/10.1146/annurev.bb.11.060182.001141

Robertson. (1989). Nitrification and denitrification in humid tropical ecosystems : Potential controls on nitrogen retention. *Mineral nutrients in tropical forest and savanna ecosystems*, *9*, 55-69.

Robertson, Cornelisse, R., De Vos, P., Hadioetomo, R., & Kuenen, J. G. (1989). Aerobic denitrification in various heterotrophic nitrifiers. *Antonie van Leeuwenhoek*, *56*(4), 289-299. https://doi.org/10.1007/BF00443743

Robertson, G. P., & Groffman, P. M. (2015). Nitrogen Transformations. In *Soil Microbiology, Ecology and Biochemistry* (p. 421-446). Elsevier. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-415955-6.00014-1

Rochette, P. (2011). Towards a standard non-steady-state chamber methodology for measuring soil N2O emissions. *Animal Feed Science and Technology*, *166-167*, 141-146. https://doi.org/10.1016/j.anifeedsci.2011.04.063

Rochette, P., Angers, D. A., Chantigny, M. H., & Bertrand, N. (2008). Nitrous Oxide Emissions Respond Differently to No-Till in a Loam and a Heavy Clay Soil. *Soil Science Society of America Journal*, *72*(5), 1363-1369. https://doi.org/10.2136/sssaj2007.0371

Rochette, P., Worth, D. E., Lemke, R. L., McConkey, B. G., Pennock, D. J., Wagner-Riddle, C., & Desjardins, R. J. (2008). Estimation of N_2O emissions from agricultural soils in Canada. I. Development of a country-specific methodology. *Canadian Journal of Soil Science*, *88*(5), 641-654. https://doi.org/10.4141/CJSS07025

Rohe, L., Apelt, B., Vogel, H.-J., Well, R., Wu, G.-M., & Schlüter, S. (2021). Denitrification in soil as a function of oxygen availability at the microscale. *Biogeosciences*, *18*(3), 1185-1201. https://doi.org/10.5194/bg-18-1185-2021

Rolston, D. E., Fried, M., & Goldhamer, D. A. (1976). Denitrification Measured Directly from Nitrogen and Nitrous Oxide Gas Fluxes. *Soil Science Society of America Journal*, *40*(2), 259-266. https://doi.org/10.2136/sssaj1976.03615995004000020020x

Romanelli, A., Soto, D. X., Matiatos, I., Martínez, D. E., & Esquius, S. (2020). A biological and nitrate isotopic assessment framework to understand eutrophication in aquatic ecosystems. *Science of The Total Environment*, *715*, 136909. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.136909

Rousset, C., Clough, T. J., Grace, P. R., Rowlings, D. W., & Scheer, C. (2020). Soil type, bulk density and drainage effects on relative gas diffusivity and N2O emissions. *Soil Research*, *58*(8), 726. https://doi.org/10.1071/SR20161

Rousset, C., Clough, T. J., Grace, P. R., Rowlings, D. W., & Scheer, C. (2021). Irrigation scheduling with soil gas diffusivity as a decision tool to mitigate N2O emissions from a urine-affected pasture. *Agriculture*, *11*(5), 443.

Rousset, C., Clough, T. J., Grace, P. R., Rowlings, D. W., & Scheer, C. (2022). Wetting and drainage cycles in two New Zealand soil types : Effects on relative gas diffusivity and N2O emissions. *Geoderma Regional*, *29*, e00504. https://doi.org/10.1016/j.geodrs.2022.e00504

Röver, M., Heinemeyer, O., Munch, J. C., & Kaiser, E.-A. (1999). Spatial heterogeneity within the plough layer : High variability of N2O emission rates. *Soil Biology and Biochemistry*, *31*(2), 167-173. https://doi.org/10.1016/S0038-0717(97)00271-X

Rubol, S., Silver, W. L., & Bellin, A. (2012). Hydrologic control on redox and nitrogen dynamics in a peatland soil. *Science of The Total Environment*, *432*, 37-46. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2012.05.073

Ruser, R., Flessa, H., Russow, R., Schmidt, G., Buegger, F., & Munch, J. C. (2006). Emission of N2O, N2 and CO2 from soil fertilized with nitrate : Effect of compaction, soil moisture and rewetting. *Soil Biology and Biochemistry*, *38*(2), 263-274. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2005.05.005

Ryden, J. C. (1983). Denitrification loss from a grassland soil in the field receiving different rates of nitrogen as ammonium nitrate. *Journal of Soil Science*, *34*(2), 355-365. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1983.tb01041.x

Ryden, J. C., Lund, L. J., Letey, J., & Focht, D. D. (1979). Direct Measurement of Denitrification Loss from Soils : II. Development and Application of Field Methods. *Soil Science Society of America Journal*, *43*(1), 110-118. https://doi.org/10.2136/sssaj1979.03615995004300010020x

Saleh-Lakha, S., Shannon, K. E., Henderson, S. L., Goyer, C., Trevors, J. T., Zebarth, B. J., & Burton, D. L. (2009). Effect of pH and Temperature on Denitrification Gene Expression and Activity in *Pseudomonas mandelii*. *Applied and Environmental Microbiology*, *75*(12), 3903-3911. https://doi.org/10.1128/AEM.00080-09

Sammartino, S., Lissy, A.-S., Bogner, C., Van Den Bogaert, R., Capowiez, Y., Ruy, S., & Cornu, S. (2015). Identifying the Functional Macropore Network Related to Preferential Flow in Structured Soils. *Vadose Zone Journal*, *14*(10), vzj2015.05.0070. https://doi.org/10.2136/vzj2015.05.0070

Sandin, M., Koestel, J., Jarvis, N., & Larsbo, M. (2017). Post-tillage evolution of structural pore space and saturated and near-saturated hydraulic conductivity in a clay loam soil. *Soil and Tillage Research*, *165*, 161-168. https://doi.org/10.1016/j.still.2016.08.004

Schilt, A., Baumgartner, M., Blunier, T., Schwander, J., Spahni, R., Fischer, H., & Stocker, T. F. (2010). Glacial–interglacial and millennial-scale variations in the atmospheric nitrous oxide concentration during the last 800,000 years. *Quaternary Science Reviews*, *29*(1-2), 182-192. https://doi.org/10.1016/j.quascirev.2009.03.011

Schindelin, J., Arganda-Carreras, I., Frise, E., Kaynig, V., Longair, M., Pietzsch, T., Preibisch, S., Rueden, C., Saalfeld, S., Schmid, B., Tinevez, J.-Y., White, D. J., Hartenstein, V., Eliceiri, K., Tomancak, P., & Cardona, A. (2012). Fiji : An open-source platform for biological-image analysis. *Nature Methods*, *9*(7), 676-682. https://doi.org/10.1038/nmeth.2019

Schindlbacher, A., Zechmeister-Boltenstern, S., & Butterbach-Bahl, K. (2004). Effects of soil moisture and temperature on NO, NO_2, and N_2O emissions from European forest soils. *Journal of Geophysical Research: Atmospheres*, *109*(D17), 2004JD004590. https://doi.org/10.1029/2004JD004590

Schjønning, P., Eden, M., Moldrup, P., & de Jonge, L. W. (2013). Two-Chamber, Two-Gas and One-Chamber, One-Gas Methods for Measuring the Soil-Gas Diffusion Coefficient : Validation and Inter-calibration. *Soil Science Society of America Journal*, *77*(3), 729-740. https://doi.org/10.2136/sssaj2012.0379

Schlüter, S., Henjes, S., Zawallich, J., Bergaust, L., Horn, M., Ippisch, O., Vogel, H.-J., & Dörsch, P. (2018). Denitrification in Soil Aggregate Analogues-Effect of Aggregate Size and Oxygen Diffusion. *Frontiers in Environmental Science*, *6*, 17. https://doi.org/10.3389/fenvs.2018.00017

Schlüter, S., Roussety, T., Rohe, L., Guliyev, V., Blagodatskaya, E., & Reitz, T. (2021). *Land use impact on carbon mineralization is mainly caused by variation of particulate organic matter content rather than of soil structure* [Preprint]. Soils and biogeochemical cycling. https://doi.org/10.5194/soil-2021-56

Schlüter, S., Sheppard, A., Brown, K., & Wildenschild, D. (2014). Image processing of multiphase images obtained via X-ray microtomography : A review. *Water Resources Research*, *50*(4), 3615-3639. https://doi.org/10.1002/2014WR015256

Schmidt, U., Thöni, H., & Kaupenjohann, M. (2000). Using a boundary line approach to analyze N2O flux data from agricultural soils. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, *57*(2), 119-129. https://doi.org/10.1023/A:1009854220769

Sexstone, A. J., Revsbech, N. P., Parkin, T. B., & Tiedje, J. M. (1985). Direct Measurement of Oxygen Profiles and Denitrification Rates in Soil Aggregates. *Soil Science Society of America Journal*, *49*(3), 645-651. https://doi.org/10.2136/sssaj1985.03615995004900030024x

Shaaban, M., Wu, Y., Wu, L., Hu, R., Younas, A., Nunez-Delgado, A., Xu, P., Sun, Z., Lin, S., Xu, X., & Jiang, Y. (2020). The Effects of pH Change through Liming on Soil N2O Emissions. *Processes*, *8*(6), 702. https://doi.org/10.3390/pr8060702

Shcherbak, I., Millar, N., & Robertson, G. P. (2014). Global metaanalysis of the nonlinear response of soil nitrous oxide (N2O) emissions to fertilizer nitrogen. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, *111*(25), 9199-9204. https://doi.org/10.1073/pnas.1322434111

Sheppard, A. P., Sok, R. M., & Averdunk, H. (2004). Techniques for image enhancement and segmentation of tomographic images of porous materials. *Physica A: Statistical Mechanics and Its Applications*, *339*(1-2), 145-151. https://doi.org/10.1016/j.physa.2004.03.057

Shoun, H., Kim, D.-H., Uchiyama, H., & Sugiyama, J. (1992). Denitrification by fungi. *FEMS Microbiology Letters*, *94*(3), 277-281. https://doi.org/10.1111/j.1574-6968.1992.tb05331.x

Signor, D., & Cerri, C. E. P. (2013). Nitrous oxide emissions in agricultural soils : A review. *Pesquisa Agropecuária Tropical*, *43*(3), 322-338. https://doi.org/10.1590/S1983-40632013000300014

Six, J., Bossuyt, H., Degryze, S., & Denef, K. (2004). A history of research on the link between (micro)aggregates, soil biota, and soil organic matter dynamics. *Soil and Tillage Research*, *79*(1), 7-31. https://doi.org/10.1016/j.still.2004.03.008

Six, J., Ogle, S. M., Jay breidt, F., Conant, R. T., Mosier, A. R., & Paustian, K. (2004). The potential to mitigate global warming with no-tillage management is only realized when practised in the long term. *Global Change Biology*, *10*(2), 155-160. https://doi.org/10.1111/j.1529-8817.2003.00730.x

Skiba, U., & Ball, B. (2002). The effect of soil texture and soil drainage on emissions of nitric oxide and nitrous oxide. *Soil Use and Management*, *18*(1), 56-60. https://doi.org/10.1111/j.1475-2743.2002.tb00050.x

Smet, S., Plougonven, E., Léonard, A., & Degré, A. (2023). Characterization by X-ray μCT of the air-filled porosity of an agricultural soil at different matric potentials. *European Journal of Soil Science*, *74*(3), e13387. https://doi.org/10.1111/ejss.13387

Smith, K. A. (1980). A MODEL OF THE EXTENT OF ANAEROBIC ZONES IN AGGREGATED SOILS, AND ITS POTENTIAL APPLICATION TO ESTIMATES OF DENITRIFICATION [1]. *Journal of Soil Science*, *31*(2), 263-277. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1980.tb02080.x

Smith, K. A. (2017). Changing views of nitrous oxide emissions from agricultural soil : Key controlling processes and assessment at different spatial scales: N_2O emissions from agricultural soil. *European Journal of Soil Science*, *68*(2), 137-155. https://doi.org/10.1111/ejss.12409

Smith, K. A., Ball, T., Conen, F., Dobbie, K. E., Massheder, J., & Rey, A. (2003). Exchange of greenhouse gases between soil and atmosphere : Interactions of soil physical factors and biological processes: Greenhouse gas exchange between soil and atmosphere. *European Journal of Soil Science*, *54*(4), 779-791. https://doi.org/10.1046/j.1351-0754.2003.0567.x

Smith, K. A., Thomson, P. E., Clayton, H., Mctaggart, I. P., & Conen, F. (1998). Effects of temperature, water content and nitrogen fertilisation on emissions of nitrous oxide by soils. *Atmospheric Environment*, *32*(19), 3301-3309. https://doi.org/10.1016/S1352-2310(97)00492-5

Snyder, C. S., Bruulsema, T. W., Jensen, T. L., & Fixen, P. E. (2009). Review of greenhouse gas emissions from crop production systems and fertilizer management effects. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, *133*(3-4), 247-266. https://doi.org/10.1016/j.agee.2009.04.021

Soane, B. D., & Van Ouwerkerk, C. (1995). Implications of soil compaction in crop production for the quality of the environment. *Soil and Tillage Research*, *35*(1-2), 5-22. https://doi.org/10.1016/0167-1987(95)00475-8

Song, X., Ju, X., Topp, C. F. E., & Rees, R. M. (2019). Oxygen Regulates Nitrous Oxide Production Directly in Agricultural Soils. *Environmental Science & Technology*, *53*(21), 12539-12547. https://doi.org/10.1021/acs.est.9b03089

Stanford, G., Dzienia, S., & Vander Pol, R. A. (1975). Effect of Temperature on Denitrification Rate in Soils. *Soil Science Society of America Journal*, *39*(5), 867-870. https://doi.org/10.2136/sssaj1975.03615995003900050024x

Stehfest, E., & Bouwman, L. (2006). N2O and NO emission from agricultural fields and soils under natural vegetation : Summarizing available measurement data and modeling of

global annual emissions. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, *74*(3), 207-228. https://doi.org/10.1007/s10705-006-9000-7

Stepniewski, W. (1981). Oxygen-diffusion and strength as related to soil compaction. II. Oxygen diffusion coefficient. *Polish Journal of Soil Science*, *14*(1), 3-13.

Stotzky, G. (1965). Microbial Respiration. In A. G. Norman (Éd.), *Agronomy Monographs* (p. 1550-1572). American Society of Agronomy, Soil Science Society of America. https://doi.org/10.2134/agronmonogr9.2.c62

Surey, R., Kaiser, K., Schimpf, C. M., Mueller, C. W., Böttcher, J., & Mikutta, R. (2021). Contribution of particulate and mineral-associated organic matter to potential denitrification of agricultural soils. *Frontiers in Environmental Science*, *9*, 640534.

Tang, A. M., Cui, Y.-J., Richard, G., & Défossez, P. (2011). A study on the air permeability as affected by compression of three French soils. *Geoderma*, *162*(1-2), 171-181. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2011.01.019

Tian, H., Pan, N., Thompson, R. L., Canadell, J. G., Suntharalingam, P., Regnier, P., Davidson, E. A., Prather, M., Ciais, P., Muntean, M., Pan, S., Winiwarter, W., Zaehle, S., Zhou, F., Jackson, R. B., Bange, H. W., Berthet, S., Bian, Z., Bianchi, D., … Zhu, Q. (2023). Global Nitrous Oxide Budget 1980–2020. *Earth System Science Data Discussions*, *2023*, 1-98. https://doi.org/10.5194/essd-2023-401

Tian, H., Yang, J., Xu, R., Lu, C., Canadell, J. G., Davidson, E. A., Jackson, R. B., Arneth, A., Chang, J., Ciais, P., Gerber, S., Ito, A., Joos, F., Lienert, S., Messina, P., Olin, S., Pan, S., Peng, C., Saikawa, E., … Zhang, B. (2019). Global soil nitrous oxide emissions since the preindustrial era estimated by an ensemble of terrestrial biosphere models : Magnitude, attribution, and uncertainty. *Global Change Biology*, *25*(2), 640-659. https://doi.org/10.1111/gcb.14514

Tisdall, J. M., & Oades, J. M. (1982). Organic matter and water-stable aggregates in soils. *Journal of Soil Science*, *33*(2), 141-163. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1982.tb01755.x

Tortoso, A. C., & Hutchinson, G. L. (1990). Contributions of Autotrophic and Heterotrophic Nitrifiers to Soil NO and N_2O Emissions. *Applied and Environmental Microbiology*, *56*(6), 1799-1805. https://doi.org/10.1128/aem.56.6.1799-1805.1990

Totsche, K. U., Rennert, T., Gerzabek, M. H., Kögel-Knabner, I., Smalla, K., Spiteller, M., & Vogel, H. (2010). Biogeochemical interfaces in soil : The interdisciplinary challenge for soil science. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, *173*(1), 88-99. https://doi.org/10.1002/jpln.200900105

Trogler, W. C. (1999). Physical properties and mechanisms of formation of nitrous oxide. *Coordination Chemistry Reviews*, *187*(1), 303-327. https://doi.org/10.1016/S0010-8545(98)00254-9

Ussiri, D. A. N., Lal, R., & Jarecki, M. K. (2009). Nitrous oxide and methane emissions from long-term tillage under a continuous corn cropping system in Ohio. *Soil and Tillage Research*, *104*(2), 247-255. https://doi.org/10.1016/j.still.2009.03.001

Vaissie, P., Monge, A., & Husson, F. (2021). Factoshiny : Perform factorial analysis from FactoMineR with a shiny application. *R package version*, *2*(4), https://CRAN.R-project.org/package=Factoshiny.

van den Heuvel, R. N., Hefting, M. M., Tan, N. C. G., Jetten, M. S. M., & Verhoeven, J. T. A. (2009). N2O emission hotspots at different spatial scales and governing factors for small scale hotspots. *Science of The Total Environment*, *407*(7), 2325-2332. https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2008.11.010

van der Weerden, T. J., Kelliher, F. M., & de Klein, C. A. M. (2012). Influence of pore size distribution and soil water content on nitrous oxide emissions. *Soil Research*, *50*(2), 125. https://doi.org/10.1071/SR11112

Van Groenigen, J. W., Kuikman, P. J., De Groot, W. J. M., & Velthof, G. L. (2005). Nitrous oxide emission from urine-treated soil as influenced by urine composition and soil physical conditions. *Soil Biology and Biochemistry*, *37*(3), 463-473. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2004.08.009

van Kessel, C., Venterea, R., Six, J., Adviento-Borbe, M. A., Linquist, B., & van Groenigen, K. J. (2013). Climate, duration, and N placement determine N $_2$ O emissions in reduced tillage systems : A meta-analysis. *Global Change Biology*, *19*(1), 33-44. https://doi.org/10.1111/j.1365-2486.2012.02779.x

Velthof, G. L., Brader, A. B., & Oenema, O. (1996). Seasonal variations in nitrous oxide losses from managed grasslands in The Netherlands. *Plant and Soil*, *181*(2), 263-274. https://doi.org/10.1007/BF00012061

Velthof, G. L., Jarvis, S. C., Stein, A., Allen, A. G., & Oenema, O. (1996). Spatial variability of nitrous oxide fluxes in mown and grazed grasslands on a poorly drained clay soil. *Soil Biology and Biochemistry*, *28*(9), 1215-1225. https://doi.org/10.1016/0038-0717(96)00129-0

Velthof, G. L., & Oenema, O. (1995). Nitrous oxide fluxes from grassland in the Netherlands : I. Statistical analysis of flux-chamber measurements. *European Journal of Soil Science*, *46*(4), 533-540. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1995.tb01349.x

Vilain, G., Garnier, J., Tallec, G., & Cellier, P. (2010). Effect of slope position and land use on nitrous oxide (N2O) emissions (Seine Basin, France). *Agricultural and Forest Meteorology*, *150*(9), 1192-1202. https://doi.org/10.1016/j.agrformet.2010.05.004

Vogel. (1997). Morphological determination of pore connectivity as a function of pore size using serial sections. *European Journal of Soil Science*, *48*(3), 365-377. https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1997.tb00203.x

Vogel, Balseiro-Romero, M., Kravchenko, A., Otten, W., Pot, V., Schlüter, S., Weller, U., & Baveye, P. C. (2022). A holistic perspective on soil architecture is needed as a key to soil functions. *European Journal of Soil Science*, *73*(1). https://doi.org/10.1111/ejss.13152

Vogel, H.-J., Weller, U., & Schlüter, S. (2010). Quantification of soil structure based on Minkowski functions. *Computers & Geosciences*, *36*(10), 1236-1245. https://doi.org/10.1016/j.cageo.2010.03.007

Wang, Guo, J., Vogt, R. D., Mulder, J., Wang, J., & Zhang, X. (2018). Soil pH as the chief modifier for regional nitrous oxide emissions : New evidence and implications for global estimates and mitigation. *Global Change Biology*, *24*(2). https://doi.org/10.1111/gcb.13966

Wang, H., Gao, J., Li, X., Zhang, S., & Wang, H. (2015). Nitrate Accumulation and Leaching in Surface and Ground Water Based on Simulated Rainfall Experiments. *PLOS ONE*, *10*(8), e0136274. https://doi.org/10.1371/journal.pone.0136274

Wang, W. C., Yung, Y. L., Lacis, A. A., Mo, T., & Hansen, J. E. (1976). Greenhouse Effects due to Man-Made Perturbations of Trace Gases. *Science*, *194*(4266), 685-690. https://doi.org/10.1126/science.194.4266.685

Wang, Y., Cao, W., Guo, J., & Zhang, M. (2022). Effects of Increasing pH on Nitrous Oxide and Dinitrogen Emissions from Denitrification in Sterilized and Unsterilized Forest Soils. *Forests*, *13*(10), 1589. https://doi.org/10.3390/f13101589

Wei, T., & Simko, V. (2021). *R package 'corrplot' : Visualization of a Correlation Matrix (Version 0.92).* https://github.com/taiyun/corrplot

Weier, K. L., Doran, J. W., Power, J. F., & Walters, D. T. (1993). Denitrification and the Dinitrogen/Nitrous Oxide Ratio as Affected by Soil Water, Available Carbon, and Nitrate. *Soil Science Society of America Journal*, *57*(1), 66-72. https://doi.org/10.2136/sssaj1993.03615995005700010013x

Wickham, H., Averick, M., Bryan, J., Chang, W., McGowan, L. D., François, R., Grolemund, G., Hayes, A., Henry, L., Hester, J., Kuhn, M., Pedersen, T. L., Miller, E., Bache, S. M., Müller, K., Ooms, J., Robinson, D., Seidel, D. P., Spinu, V., … Yutani, H. (2019). Welcome to the Tidyverse. *Journal of Open Source Software*, *4*(43), 1686. https://doi.org/10.21105/joss.01686

Wickham, H., Chang, W., & Wickham, M. H. (2016). Package 'ggplot2'. *Create elegant data visualisations using the grammar of graphics. Version*, *2*(1), https://ggplot2.tidyverse.org.

Wuebbles, D. J. (2009). Nitrous Oxide : No Laughing Matter. *Science*, *326*(5949), 56-57. https://doi.org/10.1126/science.1179571

Xue, Y., Van Es, H. M., Schindelbeck, R. R., Moebius-Clune, B. N., Melkonian, J. J., Graham, C., & Yang, P. (2013). Effects of N placement, carbon distribution and temperature on N_2O emissions in clay loam and loamy sand soils. *Soil Use and Management*, *29*(2), 240-249. https://doi.org/10.1111/sum.12037

Yamulki, S., & Jarvis, S. (2002). Short-term effects of tillage and compaction on nitrous oxide, nitric oxide, nitrogen dioxide, methane and carbon dioxide fluxes from grassland. *Biology and Fertility of Soils*, *36*(3), 224-231. https://doi.org/10.1007/s00374-002-0530-0

Yanai, J., Sawamoto, T., Oe, T., Kusa, K., Yamakawa, K., Sakamoto, K., Naganawa, T., Inubushi, K., Hatano, R., & Kosaki, T. (2003). Spatial Variability of Nitrous Oxide Emissions and Their Soil-Related Determining Factors in an Agricultural Field. *Journal of Environmental Quality*, *32*(6), 1965-1977. https://doi.org/10.2134/jeq2003.1965

Young, I. M., Crawford, J. W., Nunan, N., Otten, W., & Spiers, A. (2008). Chapter 4 Microbial Distribution in Soils : Physics and Scaling. In *Advances in Agronomy* (Vol. 100, p. 81-121). Academic Press. https://doi.org/10.1016/S0065-2113(08)00604-4

Yu, L., Harris, E., Lewicka-Szczebak, D., Barthel, M., Blomberg, M. R. A., Harris, S. J., Johnson, M. S., Lehmann, M. F., Liisberg, J., Müller, C., Ostrom, N. E., Six, J., Toyoda, S., Yoshida, N., & Mohn, J. (2020). What can we learn from N_2O isotope data? – Analytics,

processes and modelling. *Rapid Communications in Mass Spectrometry*, *34*(20). https://doi.org/10.1002/rcm.8858

Yu, Zhao, C., Zheng, N., Jia, H., & Yao, H. (2019). Interactive effects of soil texture and salinity on nitrous oxide emissions following crop residue amendment. *Geoderma*, *337*, 1146-1154. https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2018.11.012

Zhang, J., Cai, Z., Cheng, Y., & Zhu, T. (2009). Denitrification and total nitrogen gas production from forest soils of Eastern China. *Soil Biology and Biochemistry*, *41*(12), 2551-2557. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2009.09.016

Zhang, J., Müller, C., & Cai, Z. (2015). Heterotrophic nitrification of organic N and its contribution to nitrous oxide emissions in soils. *Soil Biology and Biochemistry*, *84*, 199-209. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2015.02.028

Zhang, Zhao, J., Huang, X., Cheng, Y., Cai, Z., Zhang, J., & Müller, C. (2021). Microbial pathways account for the pH effect on soil N2O production. *European Journal of Soil Biology*, *106*, 103337. https://doi.org/10.1016/j.ejsobi.2021.103337

Zheng, D., Hunt, E., & Running, S. (1993). A daily soil temperature model based on air temperature and precipitation for continental applications. *Climate Research*, *2*, 183-191. https://doi.org/10.3354/cr002183

Zhou, Z., Takaya, N., Sakairi, M. A. C., & Shoun, H. (2001). Oxygen requirement for denitrification by the fungus Fusarium oxysporum. *Archives of Microbiology*, *175*(1), 19-25. https://doi.org/10.1007/s002030000231

Zhu, H. (2021). *kableExtra : Construct complex table with'Kable'and pipe syntax. R package version 1.3. 4. 2021: Vol. https://CRAN.R-project.org/package=kableExtra*.

Zhu-Barker, X., Cavazos, A. R., Ostrom, N. E., Horwath, W. R., & Glass, J. B. (2015). The importance of abiotic reactions for nitrous oxide production. *Biogeochemistry*, *126*(3), 251-267. https://doi.org/10.1007/s10533-015-0166-4

Zuber, S. M., & Villamil, M. B. (2016). Meta-analysis approach to assess effect of tillage on microbial biomass and enzyme activities. *Soil Biology and Biochemistry*, *97*, 176-187. https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2016.03.011

Zumft. (1997). Cell Biology and Molecular Basis of Denitrification. *MICROBIOL. MOL. BIOL. REV.*, *61*, 84.

Zumft, W. (1992). The denitrifying prokaryotes. *The prokaryotes*, *1*, 554-582.

Annexes

Liste des annexes

annexe 1 : Histoire géologique, coupe stratigraphique et géologie structurale de la région d'Illiers-Combray. 238

annexe 2 : Placette Lnt14 après mesure des émissions de N_2O, et avant prélèvement de sol (jalons délimitant l'emplacement précis de la mesure de flux à la fast box). 242

annexe 3 : Liste de l'ensemble des valeurs de flux de CO_2, acquis à la fast box sur chacune des 80 placettes. . 242

annexe 4 : Distribution des flux de N_2O transformés en $\log_{10,}$ mesurés dans la zone travaillée en strip till (n = 40) et dans la zone travaillée en labour (n = 40) (a), dans la zone tassée par le passage d'engin (n = 40) et dans la zone non-tassée (n = 40) (b). La normalité de la distribution a été testée pour chacune des quatre situations (test de Shapiro-Wilk). 243

annexe 5 : ACP sur les facteurs proximaux. Projection de toutes les variables correspondantes aux facteurs proximaux présentés dans le Tableau 8 et le Tableau 9. Les vecteurs de couleur noir sont les mieux représentés sur les deux plans factoriels, sachant que seulement les deux premières dimensions sont exploitées pour l'interprétation. Les vecteurs de couleur grises ont été détectés par l'application PCAshiny comme ne contribuant pas assez aux axes factoriels 1 et 2, les rendant ainsi ininterprétables. 243

annexe 6 : ACP sur les facteurs proximaux, réalisée après avoir enlevé les facteurs les plus éloignés du cercle des corrélations. Scatterplots de l'ensemble des relations entre variables présentées dans l'ACP liant les émissions de N_2O et les facteurs proximaux. Les distributions ne sont pas toutes normales et linéaires, certaines sont bimodales (nitrates, CEC effective, carbone et azote total, etc.). 244

annexe 7 : ACP sur les facteurs proximaux, réalisée après avoir enlevé les facteurs les plus éloignés du cercle des corrélations : scatterplots de l'ensemble des relations entre variables présentées dans l'ACP liant les émissions de N_2O et les facteurs proximaux, après une transformation $\log_{10}$. Bien que la distribution du N_2O ne soit plus log-normale, certaines distributions demeurent bimodales. 245

annexe 8 : ACP sur les facteurs proximaux, réalisée après avoir enlevé les facteurs les plus éloignés du cercle des corrélations. Selon le critère de Kaiser (valeur propre supérieure à 1), seuls les deux premiers axes peuvent être interprétés car potentiellement porteurs d'une véritable information. Le pourcentage cumulé de la variance totale portée par les deux premiers axes est d'environ 83 %, ce qui est satisfaisant. 246

annexe 9 : Pour l'ensemble des facteurs proximaux analysés (excepté le WFPS, la température du sol et la concentration en nitrates), comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). Le test de Mann-Whitney a été réalisé pour chacune des comparaisons présentées ci-dessus : aucune différence significative n'a été déterminée, ou bien la puissance du test n'est pas suffisante. 247

annexe 10 : Nuages de points décrivant l'ensemble des facteurs proximaux analysés (excepté le WFPS, la température du sol et la concentration en nitrates), pour les 24 placettes d'intérêt, en fonction des émissions de N_2O mesurées lors de la campagne de terrain. Le test de Spearman a été réalisé pour chacune des comparaisons deux à deux. Le test n'est pas significatif dans la plupart des cas, excepté pour les matières organiques particulaires et la teneur en sables. 248

annexe 11 : Boxplots présentant les émissions de N_2O en fonction de l'intensité des émissions de N_2O des placettes. En a), émissions de N_2O mesurées sur le terrain (différence significative détectée entre les deux échantillons) ; en b), émissions de N_2O mesurées en laboratoire, 24h après l'apport d'eau fertilisée. 249

Annexe 12 : Démonstration mathématique du calcul de la diffusivité relative des gaz. 249

annexe 13 : Calcul de D_p grâce à la pente entre $ln(\Delta C_t/\Delta C_0)$ et le temps de diffusion t (s) (source : support de cours SLU & Agroscope, comm. pers. Thomas Keller). 251

Annexe 14 : Placette de prélèvement SNT11. D'anciens résidus de culture (chaumes de maïs) ont probablement été également prélevés au sein des cylindres de sol lors de la campagne de prélèvement. 251

annexe 15 : Cette annexe fait écho aux diagrammes radar projetés dans la Figure 67. Projection des 12 placettes d'intérêt restantes parmi les 24. Réalisation de diagrammes radar représentant l'intégralité des facteurs analysés (paramètres structuraux et proximaux). Chacun des facteurs a été normalisé de 0 à 1 (avec n = 24 valeurs), afin de pouvoir être projeté sur un seul et même plan. Pour chaque facteur, le profil de la placette d'intérêt en question peut ainsi être comparé au profil moyen calculé sur l'ensemble du jeu de données, matérialisé par la zone grise. 252

annexe 16 : Pour la porosité totale (calculée avec la masse volumique, avec D_s = 2.65), comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). Le test de Mann-Whitney a été réalisé, et une différence significative a été détectée entre les deux échantillons. 253

annexe 17 : Pour la connectivité calculée à l'échelle de la microstructure (densité d'Euler à la résolution de 15 µm), comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). Le test de Mann-Whitney a été réalisé, et une différence significative a été détectée entre les deux échantillons. 253

annexe 18 : Nuage de points décrivant la porosité totale, obtenue grâce aux valeurs de masse volumique, pour les 24 placettes d'intérêt en fonction des émissions de N_2O mesurées lors de la campagne de terrain. 254

annexe 19 : ACP : projection de toute les variables correspondantes aux facteurs structuraux et environnementaux analysés. Certains vecteurs (= *eigenvectors*) ont été détectés par l'application *PCAshiny* comme ne contribuant pas suffisamment aux axes factoriels 1 et 2, les rendant ainsi ininterprétables. 254

annexe 20 : Scatterplots de l'ensemble des relations entre variables présentées dans l'ACP, liant les émissions de N_2O et les facteurs structuraux et environnementaux (chapitre 5). Les distributions ne sont pas toutes normales et linéaires, certaines sont bimodales. 255

annexe 21 : Scatterplots de l'ensemble des relations entre variables présentées dans l'ACP, liant les émissions de N_2O et les facteurs structuraux et environnementaux (chapitre 5), après une transformation logarithmique. Certaines distributions demeurent bimodales. 256

annexe 22 : Selon le critère de Kaiser (valeur propre supérieure à 1) et l'application *PCAshiny*, seuls les deux premiers axes ont été retenus dans l'ACP liant les émissions de N_2O mesurées sur le terrain, les indicateurs structuraux étudiés et les autres facteurs environnementaux analysés. Seuls ces deux premiers axes sont potentiellement porteurs d'une véritable information. Le pourcentage cumulé de la variance totale portée par les deux premiers axes est d'environ 73 %, ce qui est satisfaisant. 257

annexe 23 : Classification de la vitesse de circulation de l'air dans le sol en fonction de la perméabilité à l'air, d'après Fish & Koppi (1994). 257

annexe 24 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme des émissions de N_2O mesurées en laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre les émissions de N_2O mesurées 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau. 258

annexe 25 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme de la macroporosité mesurée sur les sols contenus dans les cylindres lors de l'expérience de laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre la macroporosité mesurée 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau. 259

annexe 26 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme de la surface spécifique mesurée sur les sols contenus dans les cylindres lors de l'expérimentation de laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre la surface spécifique mesurée 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau. 260

annexe 27 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme de la densité d'Euler mesurée sur les sols contenus dans les cylindres lors de l'expérimentation de laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h

après. En b) : histogramme des différences entre la densité d'Euler mesurée 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau. 261

annexe 28 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme de l'indice $Id_{POM\text{-}air}$ mesuré sur les sols contenus dans les cylindres lors de l'expérimentation de laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre l'indice $Id_{POM\text{-}air}$ mesuré 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau. 262

annexe 1 : Histoire géologique, coupe stratigraphique et géologie structurale de la région d'Illiers-Combray.

Histoire géologique

Le territoire couvert par la feuille d'Illiers-Combray se situe dans la partie méridionale du Bassin parisien. La plupart des terrains anté-tertiaires qui caractérisent la zone n'affleurent pas. C'est pourquoi une grande partie des informations relatives à la lithologie profonde a été obtenue grâce à des sondages pétroliers (allant jusqu'à plus de 2000 m de profondeur), réalisés sur le territoire de la feuille de Méréville à l'Est d'Illiers-Combray. Les forages ont traversé une partie des terrains du Mésozoïque, pour s'arrêter dans une formation indistincte nommée ici le socle Permo-Trias.

La couverture sédimentaire développée sur la région étant subdivisable, trois grandes unités géologiques se distinguent : les formations carbonatées du Jurassique, les alternances de séries détritiques terrigènes, marneuses et crayeuses du Crétacé, et les dépôts continentaux fluvio-lacustres et éoliens respectivement du Tertiaire et du Quaternaire.

Au cours du Lias, une sédimentation carbonatée à dominance détritique se met en place sur le socle Permo-Trias. Une série marneuse à épisodes calcaires d'une puissance de plus de 400 m est déposée. Les formations en place, marneuses essentiellement, traduisent un milieu de dépôt de plateforme épicontinentale. En effet, des gravelles ont été observées dans les marnes de l'Hettangien, caractéristiques de milieux à hautes énergies. Le Sinémurien et le Pliensbachien sont représentés par des marnes calcaires à passées dolomitiques, caractéristiques d'une lame d'eau peu profonde et sursalée sous climat tropical, ainsi que des marnes calcaires glauconieuses indicatrices d'une proximité côtière.

Le Dogger et le Malm sont également caractérisés par une sédimentation carbonatée, mais les bouffées détritiques sont moins marquées qu'au Lias. Une puissante série de 1000 m de calcaires francs à passes marneuses est sédimentée dans un bassin en subsidence, avec des indices d'un milieu peu profond tout le long de la série stratigraphique. La proximité relative avec un littoral se traduit par la présence de calcaires oolithiques dans le Bathonien, le Callovien, le Kimméridgien et le Tithonien (les oolithes se formant dans des milieux chauds, bien oxygénés et à fortes énergies). Les séries du Jurassique supérieur sont également caractérisées par des calcaires graveleux, et les formations du Kimméridgien et du Tithonien renferment de la glauconie ainsi que des calcaires dolomitiques au Tithonien sommital. La région subit par la suite un épisode émersif au Crétacé inférieur.

Des formations gréseuses exclusivement continentales se déposent dans le centre du bassin parisien au cours du Valanginien, de l'Hauterivien et du Barrémien. Cependant l'Océan alpin s'engouffre dans le bassin parisien et ce dès le Crétacé inférieur, grâce au détroit morvano-vosgien. Au Crétacé supérieur basal, la transgression atteint son maximum au Cénomanien avec le dépôt un faciès détritique sableux s'étendant du Mans jusqu'à la Bretagne. Puis au Turonien, le tuffeau de Touraine se sédimente, caractérisé par un faciès homogène représenté par une craie à micas détritique et zoogène. Par la suite au début du Sénonien, une sédimentation pélagique se met en place dans le Bassin de Paris, occasionnant le dépôt d'une **craie blanche à silex**. Cependant, la mer régresse vers le Nord, et l'absence de dépôts durant

le Maestrichtien supérieur et l'intégralité du Danien atteste d'une émersion caractérisant la limite Crétacé-Tertiaire (K-T) dans le Bassin parisien. Par ailleurs, les transgressions tertiaires du Thanétien, de l'Yprésien, du Lutétien et de l'Oligocène n'atteindront pas le territoire couvert par la feuille d'Illiers-Combray, et la mer n'occupera plus jamais la zone jusqu'à aujourd'hui. La région sera soumise à une pénéplanation, ponctuée de dépôts lacustres et fluviatiles et entrecoupée de lacunes érosives.

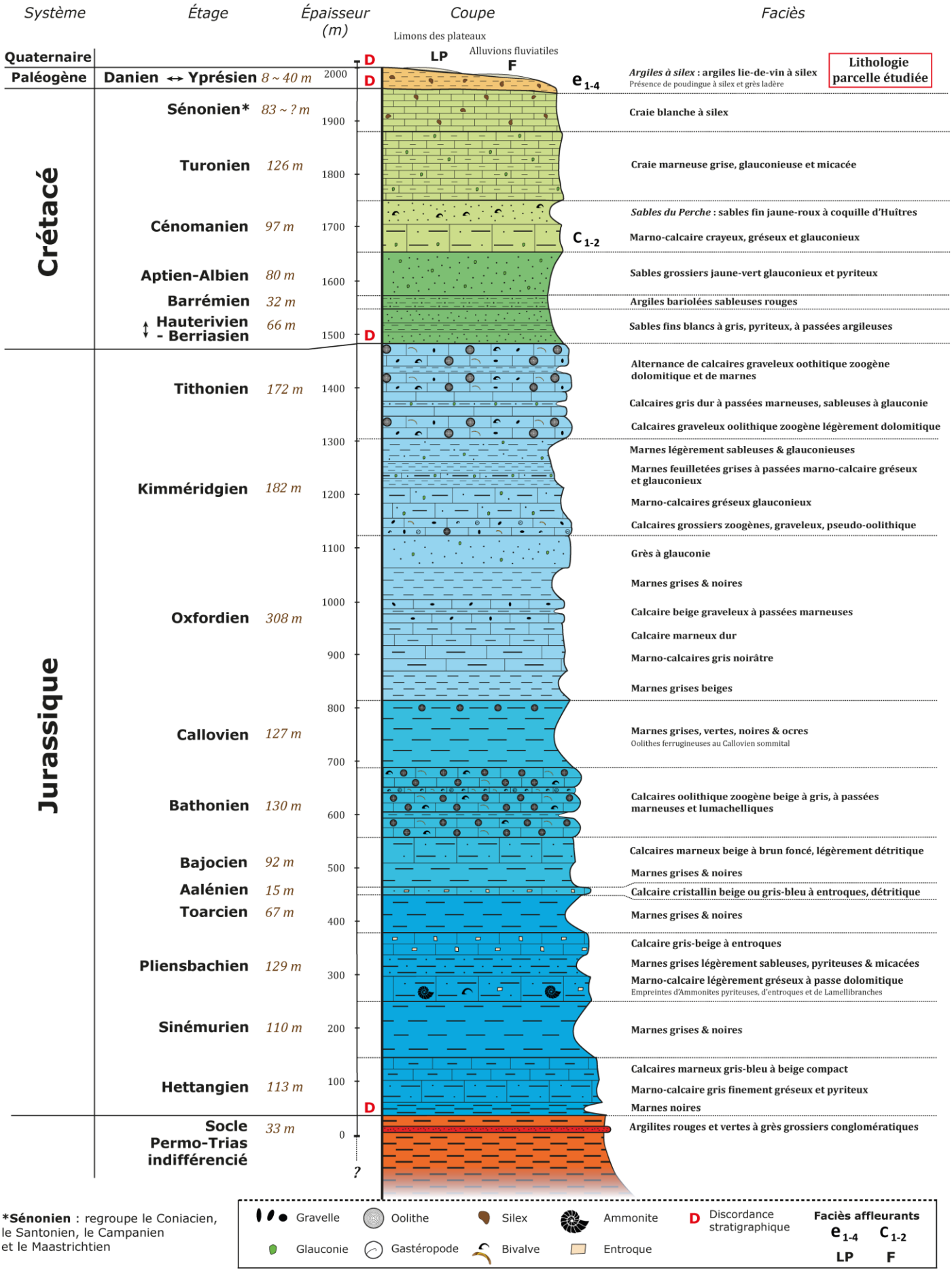
La Craie à silex déposée durant le Crétacé supérieur sera par conséquent mise à nue durant des millions d'années en s'altérant fortement sous l'effet des agents atmosphériques. Cette altération météorique post-dépôt du Paléogène inférieur induira la formation des **Argiles à silex** à lie de vin, caractéristique de la zone d'étude de ce travail de thèse.

Le Paléocène supérieur enregistre un apport détritique sur de grandes zones d'épandage (en provenance de rivières s'écoulant depuis le Massif Central), à l'origine notamment de la présence de grès ladères sur le territoire d'Illiers-Combray. Puis au cours de l'Eocène, un lac s'installe dans la région. L'érosion de la Craie à silex sénonienne, accentuée par un climat chaud à fortes précipitations, induit une sédimentation calcaire principalement chimique dans ce lac. Cela a généré des dépôts constitués de marnes abiotiques et des calcaires lacustres à *Planorbis pseudoammonius*. Par la suite, le climat chaud et aride de l'Eocène sommital induit une évaporation totale des lacs et de la mer développés sur le Bassin parisien. Au Miocène basal (Aquitanien supérieur), un vaste lac occupe de nouveau le centre du bassin parisien, qui recouvre les dépôts lacustres éocènes d'une puissante formation calcaire appelée le Calcaire de Beauce. Le lac du Miocène est par la suite asséché par le retour d'un climat aride à la fin de l'Aquitanien. Le Burdigalien sera caractérisé par un épandage alluvionnaire de nature détritique terrigène, déposé par des cours d'eau en provenance du Massif Central.

Le Pliocène est marqué par le retour d'une période de pénéplanation, dont l'arasement provoqué a généré la surface topographique actuellement observable dans le bassin de Paris. Le climat tiède et humide du Pliocène laisse place à un refroidissement boréal marquant l'arrivée du Quaternaire, modifiant sensiblement les assemblages faunistiques et floristiques. Le Quaternaire est caractérisé par des alternances de périodes glaciaires et interglaciaires, en raison des forçages orbitaux. Cela induit durant les périodes froides des phases de dépôts éoliens, sédimentés par les vents soufflant depuis les régions périglaciaires. Ces dépôts pelliculaires recouvriront le Bassin de Paris sous l'appellation des limons de plateaux. La lithologie rencontrée sur la zone d'étude est représentée par la formation des Argiles à silex du Tertiaire basal, formée par l'altération météorique de la Craie à silex déposée au Sénonien.

- Coupe stratigraphique -

Territoire de la feuille d'Illiers-Combray (carte n°290)



Coupe stratigraphique du territoire d'Illiers-Combray. Informations tirées de la notice explicative de la carte géologique n°290 (Gigot, 1984).

Géologie structurale

Aucun indice de tectonisation visible n'existe sur le territoire couvert par la feuille d'Illiers-Combray, et les données collectées sur la géologie profonde ne permettent pas d'établir précisément la géologie structurale de la région. Néanmoins, certains éléments peuvent être formulés. Les séries Crétacé caractérisant la zone sont monoclinales, et suivent un pendage d'environ 1 % en direction de l'est/sud-est. Certains affluents de l'Eure (dont un cours fossile) et du Loir semblent suivre des accidents supposés, soit une famille de failles orientées est/sud-est (schéma structural ci-dessous). Deux bombements induisant des axes anticlinaux, respectivement orientés nord-sud (entre Villebon et Illiers-Combray) et nord-ouest/sud-est (entre Luplanté et Beaurepaire), se rejoignent approximativement au niveau de la commune de Magny. La région est faiblement inclinée du nord-ouest (250 mètres d'altitude) vers le sud-est (130 m d'altitude), ce qui induit des dénivelés faibles et une topographie douce. Il est à noter que le pendage des formations Crétacé, le réseau de faille et le bombement anticlinal développé entre Luplanté et Beaurepaire suivent approximativement la même vergence nord-ouest/sud-est.

Schéma structural du territoire de la feuille d'Illiers-Combray

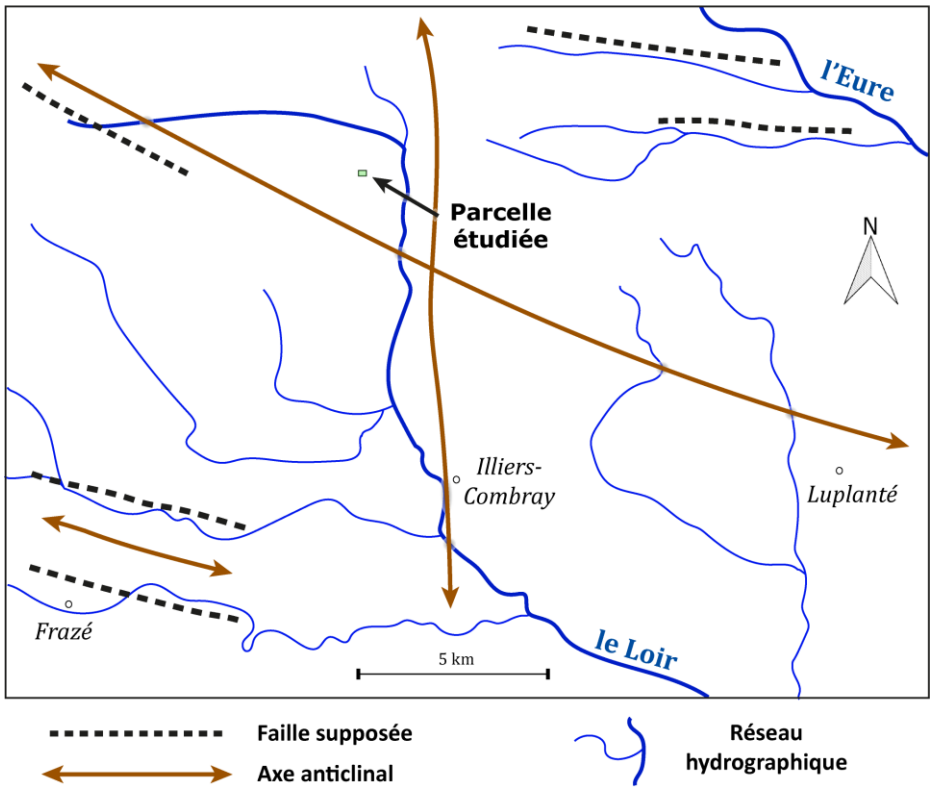


Schéma structural du territoire d'Illiers-Combray. Informations tirées de la notice explicative de la carte géologique n°290 (Gigot, 1984).

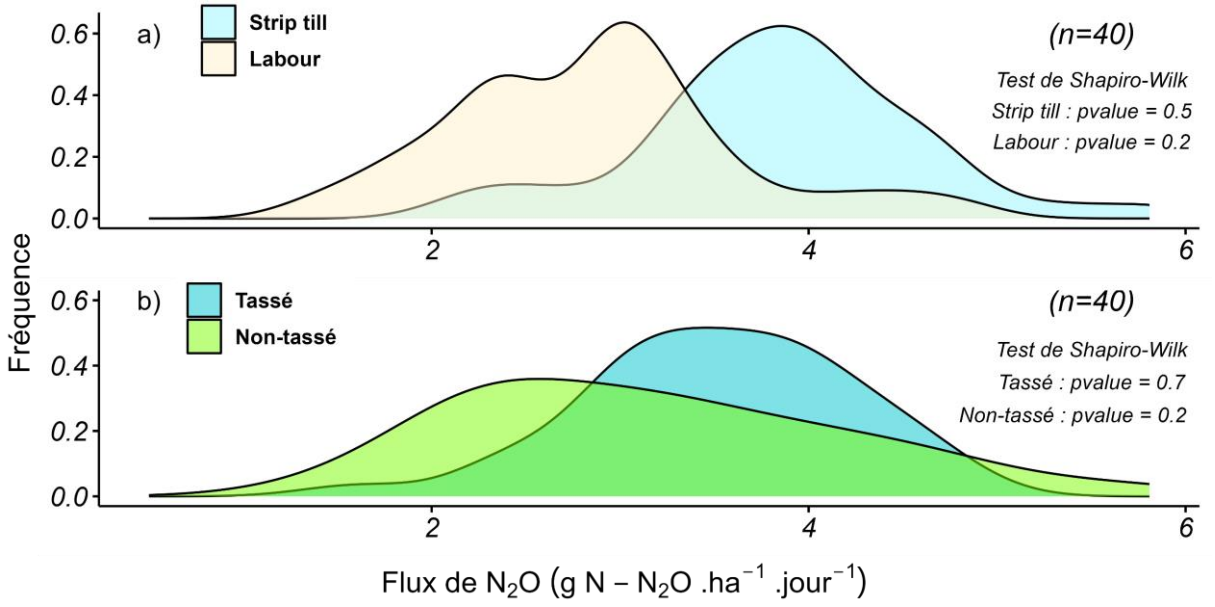
annexe 2 : Placette Lnt14 après mesure des émissions de N_2O, et avant prélèvement de sol (jalons délimitant l'emplacement précis de la mesure de flux à la fast box).



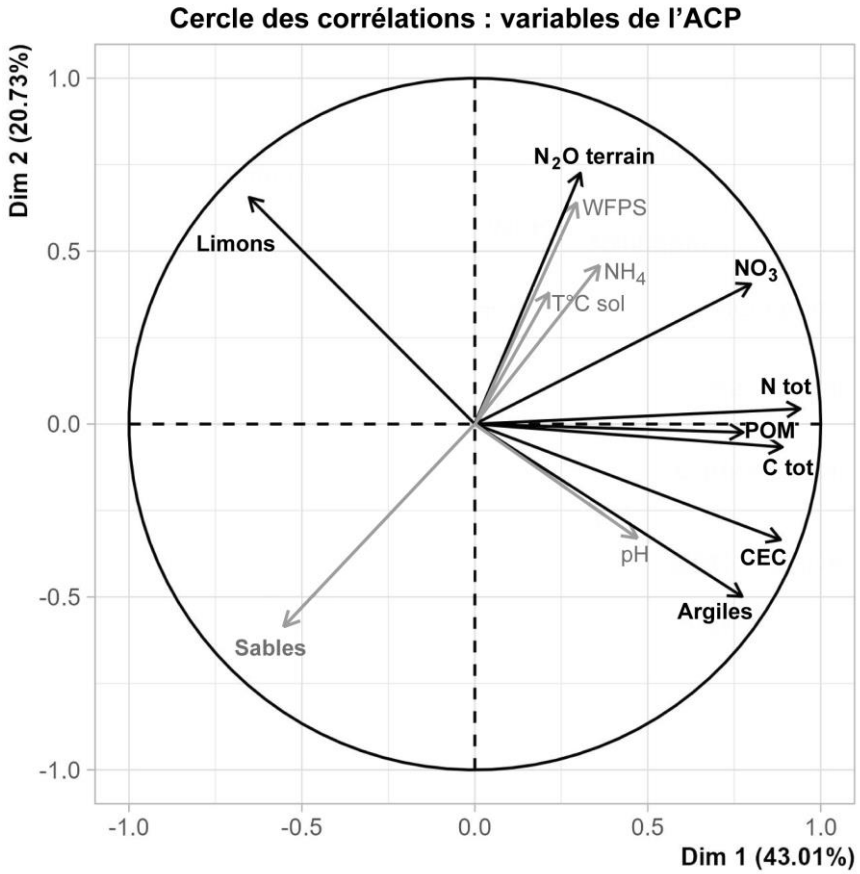
annexe 3 : Liste de l'ensemble des valeurs de flux de CO_2, acquis à la fast box sur chacune des 80 placettes.

Labour non-tassé (n=20)	émissions CO2 terrain (g_C_CO2/ha/jour)	Labour tassé (n=20)	émissions C2O terrain (g_C_CO2/ha/jour)	Strip till non-tassé (n=20)	émissions CO2 terrain (g_C_CO2/ha/jour)	Strip till tassé (n=20)	émissions CO2 terrain (g_C_CO2/ha/jour)
Lnt1	26070	Lt1	19350	Snt1	12440	St1	14960
Lnt10	25130	Lt10	19650	Snt10	48300	St10	24072
Lnt11	13900	Lt11	23940	Snt11	4816	St11	16250
Lnt12	19200	Lt12	22850	Snt12	27320	St12	16770
Lnt13	24770	Lt13	18020	Snt13	17740	St13	15360
Lnt14	7800	Lt14	22970	Snt14	29400	St14	26760
Lnt15	47800	Lt15	12985	Snt15	40370	St15	28950
Lnt16	35133	Lt16	15600	Snt16	94300	St16	37200
Lnt17	21200	Lt17	16130	Snt17	13900	St17	20566
Lnt18	11150	Lt18	12680	Snt18	29120	St18	19600
Lnt19	23900	Lt19	25930	Snt19	70000	St19	16796
Lnt2	35550	Lt2	38340	Snt2	8740	St2	14900
Lnt20	16730	Lt20	18270	Snt20	14300	St20	16150
Lnt3	15500	Lt3	1118	Snt3	80100	St3	26350
Lnt4	21700	Lt4	5800	Snt4	25000	St4	15030
Lnt5	36700	Lt5	17890	Snt5	21706	St5	16340
Lnt6	16000	Lt6	18173	Snt6	24500	St6	20030
Lnt7	15790	Lt7	13340	Snt7	8580	St7	26070
Lnt8	48550	Lt8	21450	Snt8	21650	St8	15500
Lnt9	44400	Lt9	14307	Snt9	27900	St9	17310

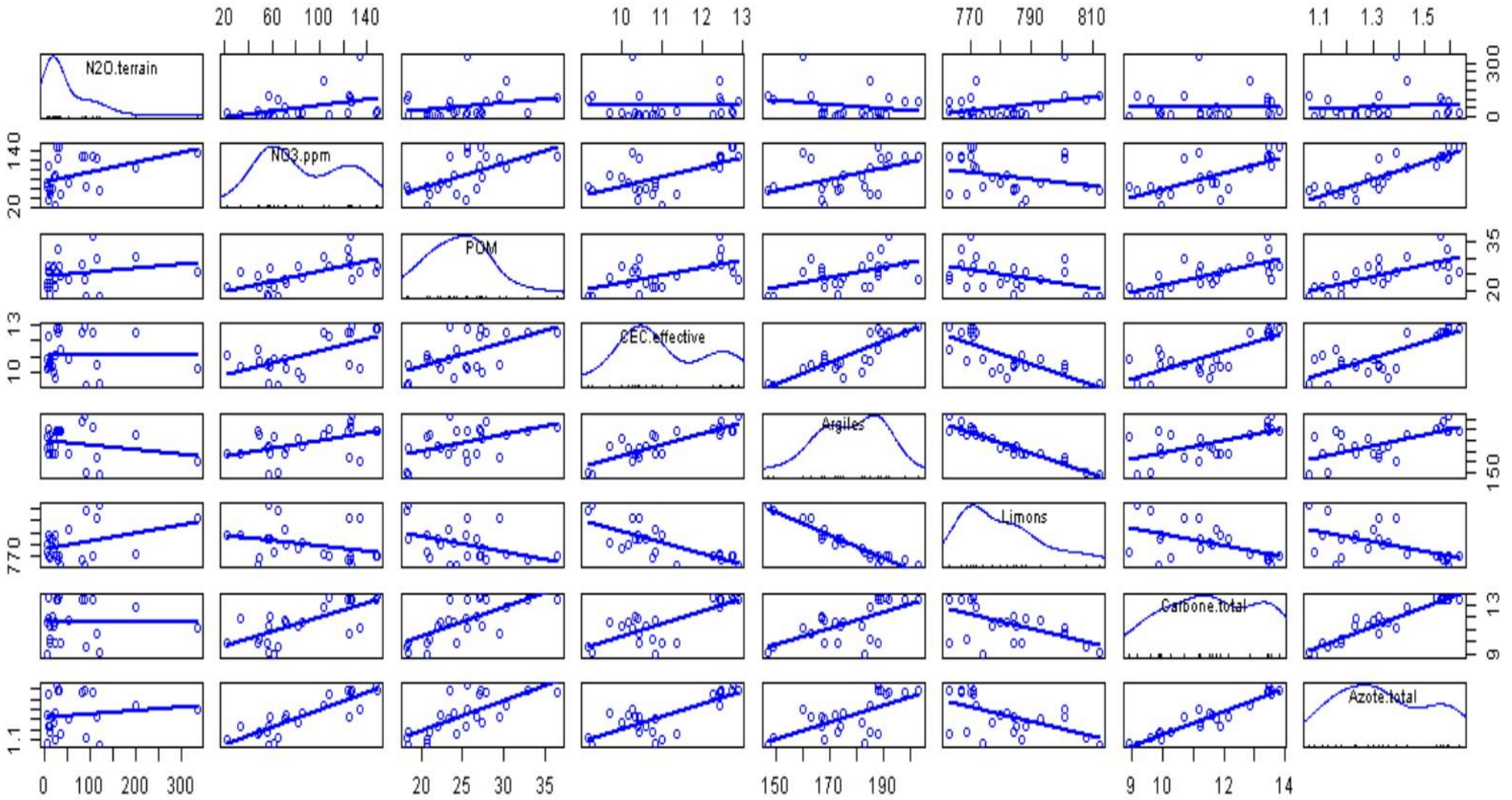
annexe 4 : Distribution des flux de N_2O transformés en log_{10}, mesurés dans la zone travaillée en strip till (n = 40) et dans la zone travaillée en labour (n = 40) (a), dans la zone tassée par le passage d'engin (n = 40) et dans la zone non-tassée (n = 40) (b). La normalité de la distribution a été testée pour chacune des quatre situations (test de Shapiro-Wilk).



annexe 5 : ACP sur les facteurs proximaux. Projection de toutes les variables correspondantes aux facteurs proximaux présentés dans le Tableau 8 et le Tableau 9. Les vecteurs de couleur noir sont les mieux représentés sur les deux plans factoriels, sachant que seulement les deux premières dimensions sont exploitées pour l'interprétation. Les vecteurs de couleur grises ont été détectés par l'application PCAshiny comme ne contribuant pas assez aux axes factoriels 1 et 2, les rendant ainsi ininterprétables.

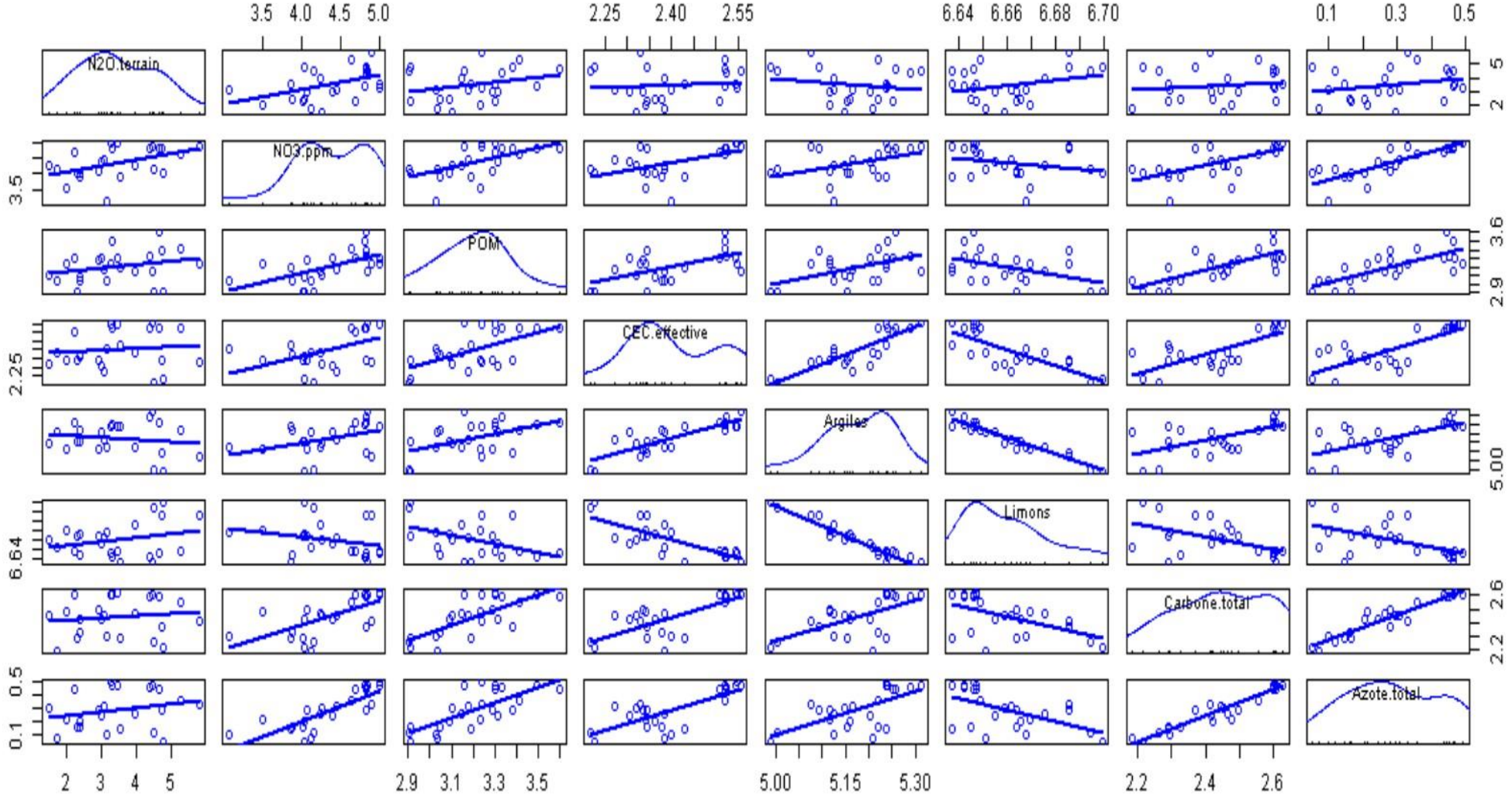


annexe 6 : ACP sur les facteurs proximaux, réalisée après avoir enlevé les facteurs les plus éloignés du cercle des corrélations. Scatterplots de l'ensemble des relations entre variables présentées dans l'ACP liant les émissions de N_2O et les facteurs proximaux. Les distributions ne sont pas toutes normales et linéaires, certaines sont bimodales (nitrates, CEC effective, carbone et azote total, etc.).

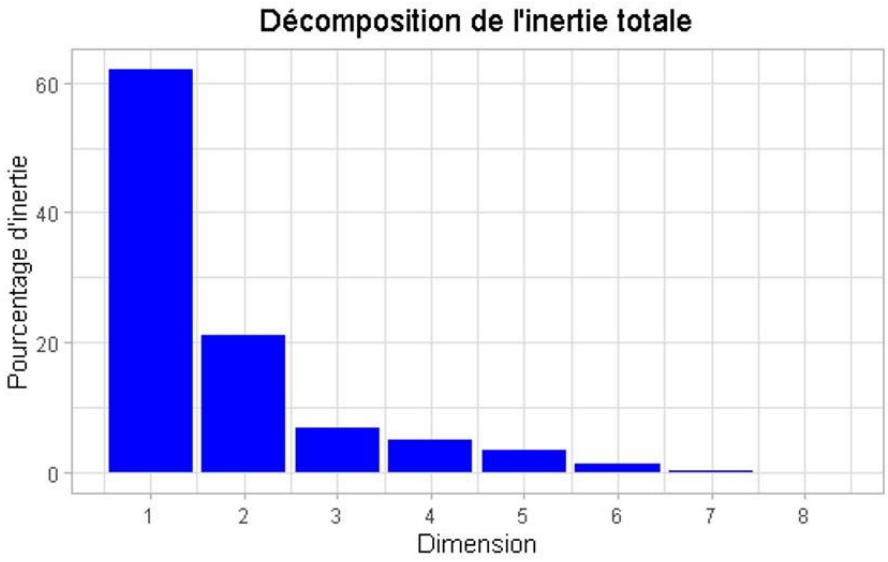


.

annexe 7 : ACP sur les facteurs proximaux, réalisée après avoir enlevé les facteurs les plus éloignés du cercle des corrélations : scatterplots de l'ensemble des relations entre variables présentées dans l'ACP liant les émissions de N_2O et les facteurs proximaux, après une transformation log_{10}. Bien que la distribution du N_2O ne soit plus log-normale, certaines distributions demeurent bimodales.

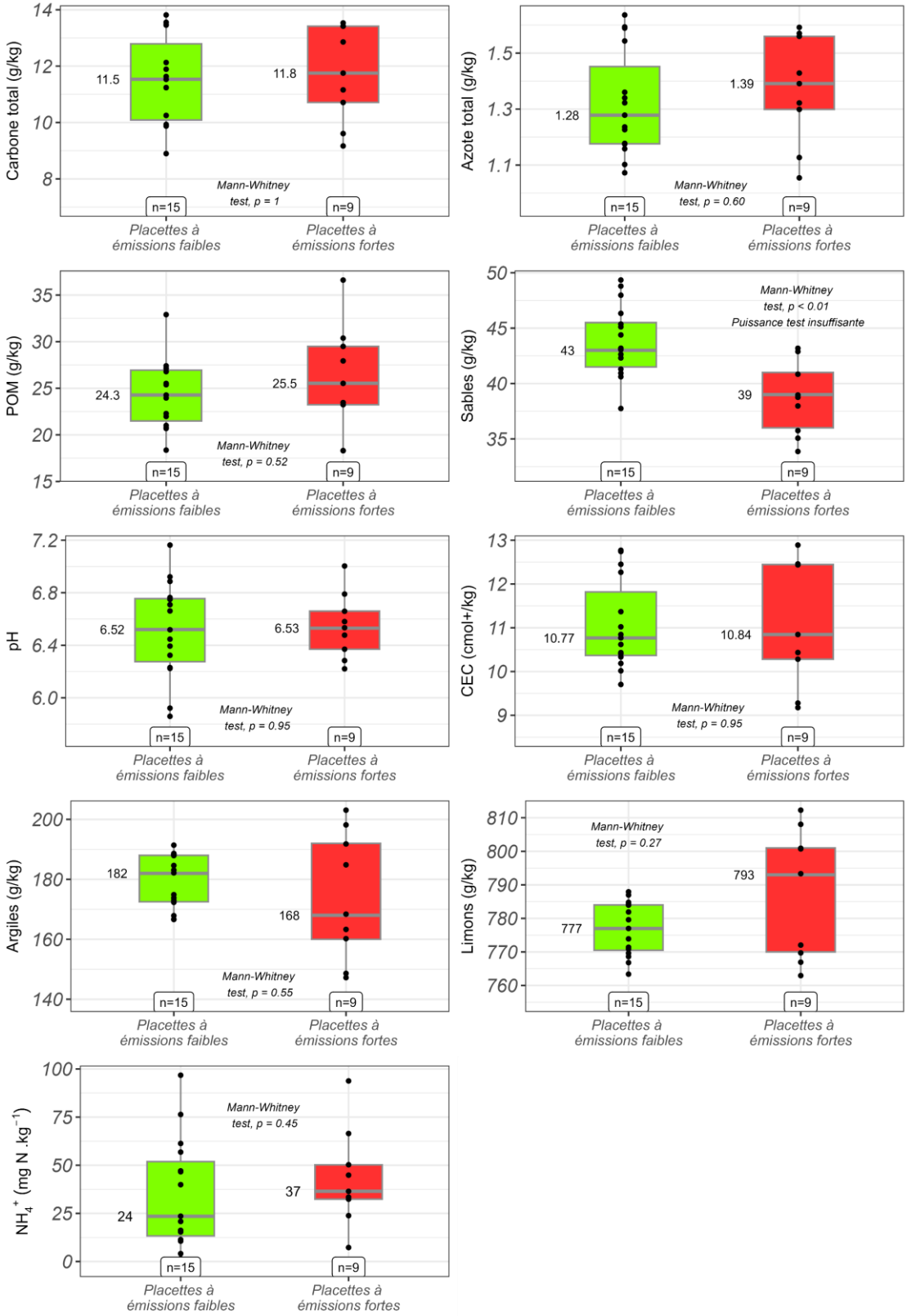


annexe 8 : ACP sur les facteurs proximaux, réalisée après avoir enlevé les facteurs les plus éloignés du cercle des corrélations. Selon le critère de Kaiser (valeur propre supérieure à 1), seuls les deux premiers axes peuvent être interprétés car potentiellement porteurs d'une véritable information. Le pourcentage cumulé de la variance totale portée par les deux premiers axes est d'environ 83 %, ce qui est satisfaisant.

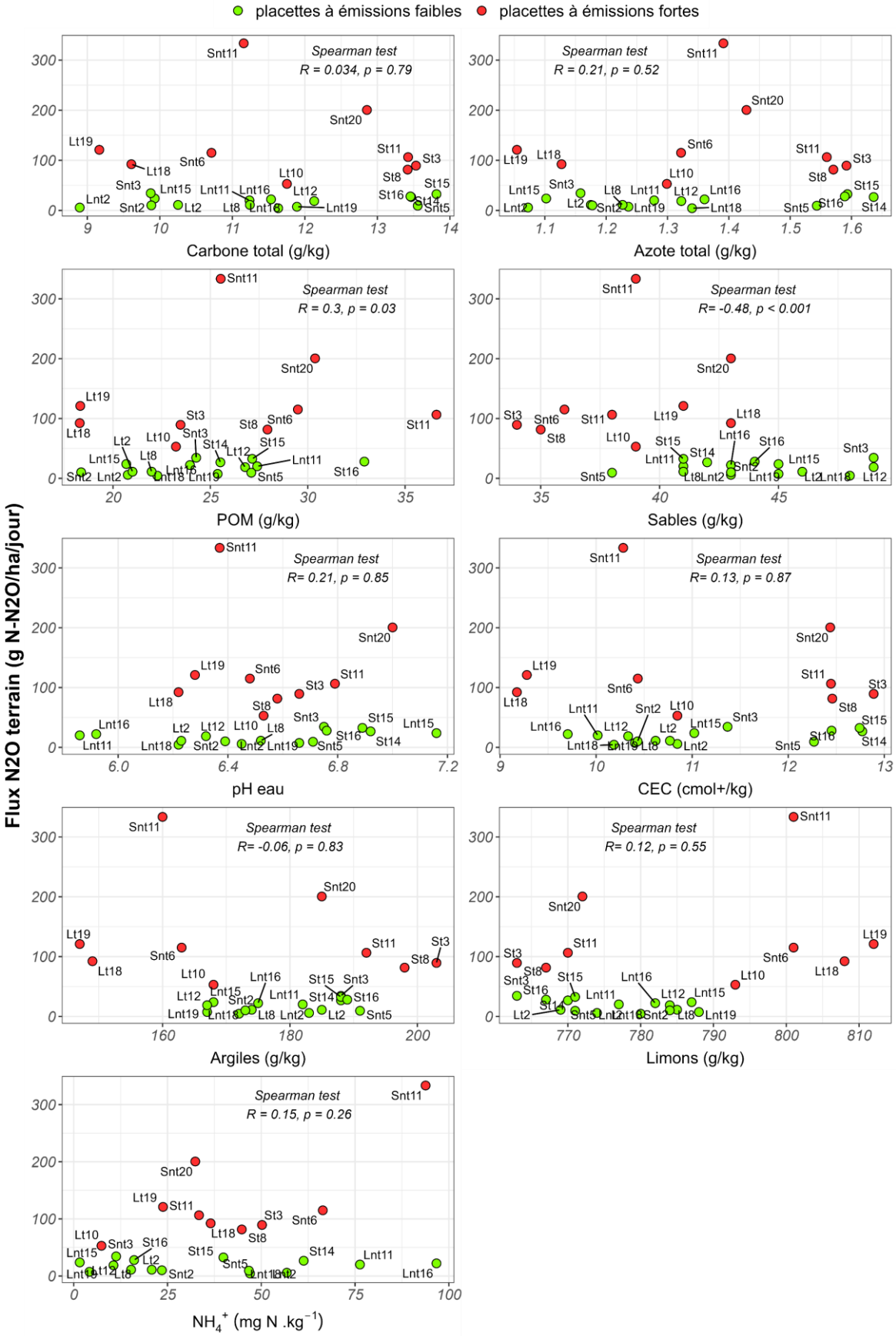


	Dim.1	Dim.2	Dim.3	Dim.4	Dim.5	Dim.6	Dim.7	Dim.8
Eigenvalue	4.964	1.687	0.542	0.400	0.270	0.105	0.021	0.012
Pourcentage variance totale	62.045	21.085	6.776	4.996	3.372	1.309	0.263	0.153
Pourcentage cumulé variance totale	62.045	83.130	89.906	94.902	98.274	99.584	99.847	100.000

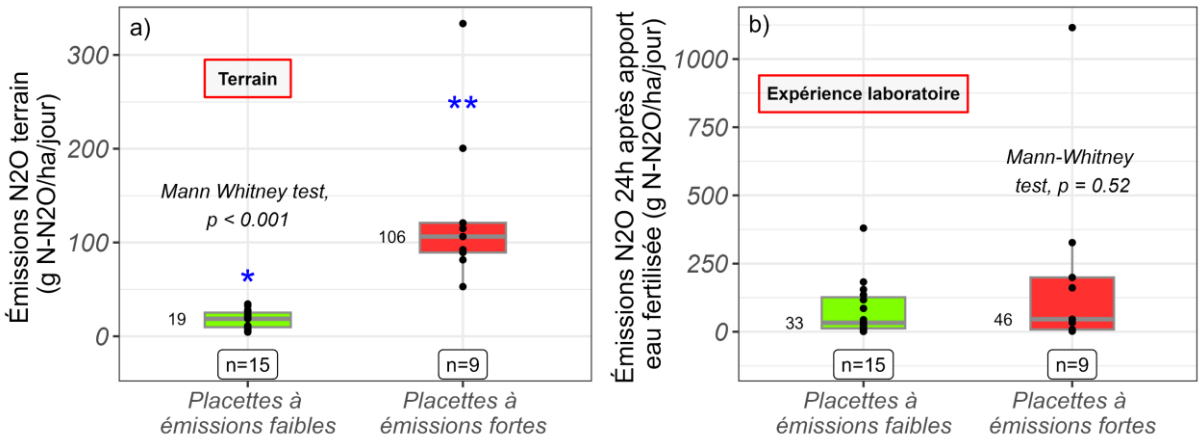
annexe 9 : Pour l'ensemble des facteurs proximaux analysés (excepté le WFPS, la température du sol et la concentration en nitrates), comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). Le test de Mann-Whitney a été réalisé pour chacune des comparaisons présentées ci-dessus : aucune différence significative n'a été déterminée, ou bien la puissance du test n'est pas suffisante.



annexe 10 : Nuages de points décrivant l'ensemble des facteurs proximaux analysés (excepté le WFPS, la température du sol et la concentration en nitrates), pour les 24 placettes d'intérêt, en fonction des émissions de N_2O mesurées lors de la campagne de terrain. Le test de Spearman a été réalisé pour chacune des comparaisons deux à deux. Le test n'est pas significatif dans la plupart des cas, excepté pour les matières organiques particulaires et la teneur en sables.



annexe 11 : Boxplots présentant les émissions de N_2O en fonction de l'intensité des émissions de N_2O des placettes. En a), émissions de N_2O mesurées sur le terrain (différence significative détectée entre les deux échantillons) ; en b), émissions de N_2O mesurées en laboratoire, 24h après l'apport d'eau fertilisée.



Annexe 12 : Démonstration mathématique du calcul de la diffusivité relative des gaz.

Utilisé dans l'article de Martínez et al. (2016), la démonstration mathématique du calcul de la diffusivité relative D_p/D_0 provient de l'article de Schjønning et al. (2013) et Martínez et al. (2016).

La première loi de Fick peut être exprimée comme suit, en supposant que le processus de diffusion transitoire puisse être approximé comme une diffusion en régime permanent dans les conditions de mesure de l'expérience :

$$J \times A = \frac{dq}{dt} = -D_p \times \frac{\Delta C_t}{h_s} \times A_s$$

Où J est le flux massique diffusif ($g.m^{-2}.s^{-1}$), A est la section transversale disponible pour la diffusion (m^2), dq est la quantité de gaz (g) diffusée durant l'intervalle de temps dt (s), D_p est le **coefficient de diffusion effectif du sol** ($m^2.s^{-1}$), ΔC_t est la différence de concentration en O_2 ($g.m^{-3}$) entre les deux extrémités du cylindre de sol à l'instant t (soit la différence de concentration en O_2 entre la chambre de diffusion et la concentration en O_2 atmosphérique), h est le chemin de diffusion de l'O_2, soit la longueur du cylindre de sol (m) et A_s est la section transversale du cylindre de sol (m^2).

La relation entre la quantité de gaz se diffusant à travers le cylindre de sol et le changement de concentration en O_2 dans la chambre de diffusion peut être exprimée ainsi :

$$\frac{dq}{dt} = \frac{d\Delta C_t}{dt} \times h_c \times A_c$$

Où h_c est la hauteur de la chambre de diffusion (m), et A_c est la section transversale de la chambre de diffusion.

Le banc de mesure de la diffusivité relative des gaz d'Agroscope a été construit tel que la section transversale de la chambre de diffusion A_c est identique à la section transversale du cylindre de sol A_s.

En combinant l'équation :

$$J \times A = \frac{dq}{dt} = -D_p \times \frac{\Delta C_t}{h_s} \times A_s$$

Et l'équation :

$$\frac{dq}{dt} = \frac{d\Delta C_t}{dt} \times h_c \times A_c$$

Le résultat peut s'écrire :

$$-D_p \times \frac{\Delta C_t}{h_s} \times A_s = \frac{d\Delta C_t}{dt} \times h_c \times A_c$$

$$-D_p \times \frac{\Delta C_t}{h_s} = \frac{d\Delta C_t}{dt} \times h_c$$

$$D_p \times \Delta C_t = -\frac{d\Delta C_t}{dt} \times h_c \times h_s$$

Si l'on intègre l'équation, on obtient :

$$\Delta C_t = \Delta C_0 \; si \; t = 0, et \; \Delta C_t = \Delta C_t \; si \; t = t$$

$$\ln\left(\frac{\Delta C_t}{\Delta C_0}\right) = -\frac{D_p}{h_s \times h_c} \times t$$

Avec ΔC_0 la différence de concentration en O_2 initiale à t_0, entre la chambre de diffusion et la concentration en O_2 atmosphérique.

Le terme de l'équation D_p peut être déterminé :

$$D_p^* = -h_s \times h_c \times \left[\frac{\ln\left(\frac{\Delta C_t}{\Delta C_0}\right)}{t}\right]$$

Par ailleurs, des corrections de pression et de température sont prises en compte dans le calcul. Les mesures sont corrigées en fonction de la température standard T_0, soit 20 °C ou 293 K, et une pression atmosphérique standard également, P_0, de 1000 mbar, grâce à l'équation de Bakker & Hidding (1970) :

$$D_p = D_p^* \times \left(\frac{T_0}{T_a}\right)^{1.75} \times \left(\frac{P_0}{P_a}\right)$$

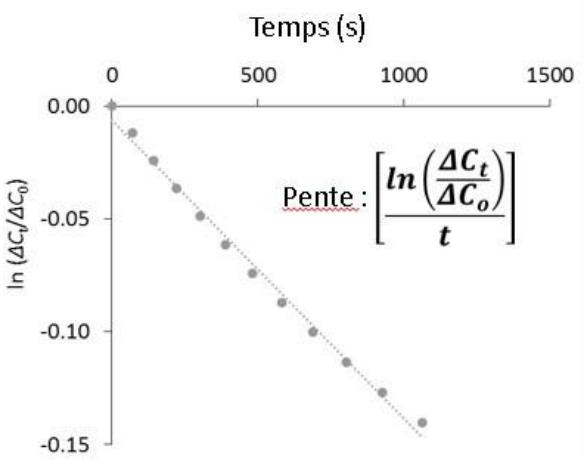
Avec T_a et P_a respectivement la température et la pression atmosphérique au moment de la mesure.

Ainsi, la diffusivité relative des gaz s'écrit :

$$Diffusivité\ relative\ des\ gaz = \frac{D_p}{D_0}$$

Avec D_0 le coefficient de diffusion de l'O_2 à l'air libre. Pour l'O_2, la valeur du coefficient de diffusion D_0 est d'environ 0.205 $cm^2.s^{-1}$ (Schjønning et al., 2013).

annexe 13 : Calcul de D_p grâce à la pente entre $ln(\Delta C_t/\Delta C_0)$ et le temps de diffusion t (s) (source : support de cours SLU & Agroscope, comm. pers. Thomas Keller).



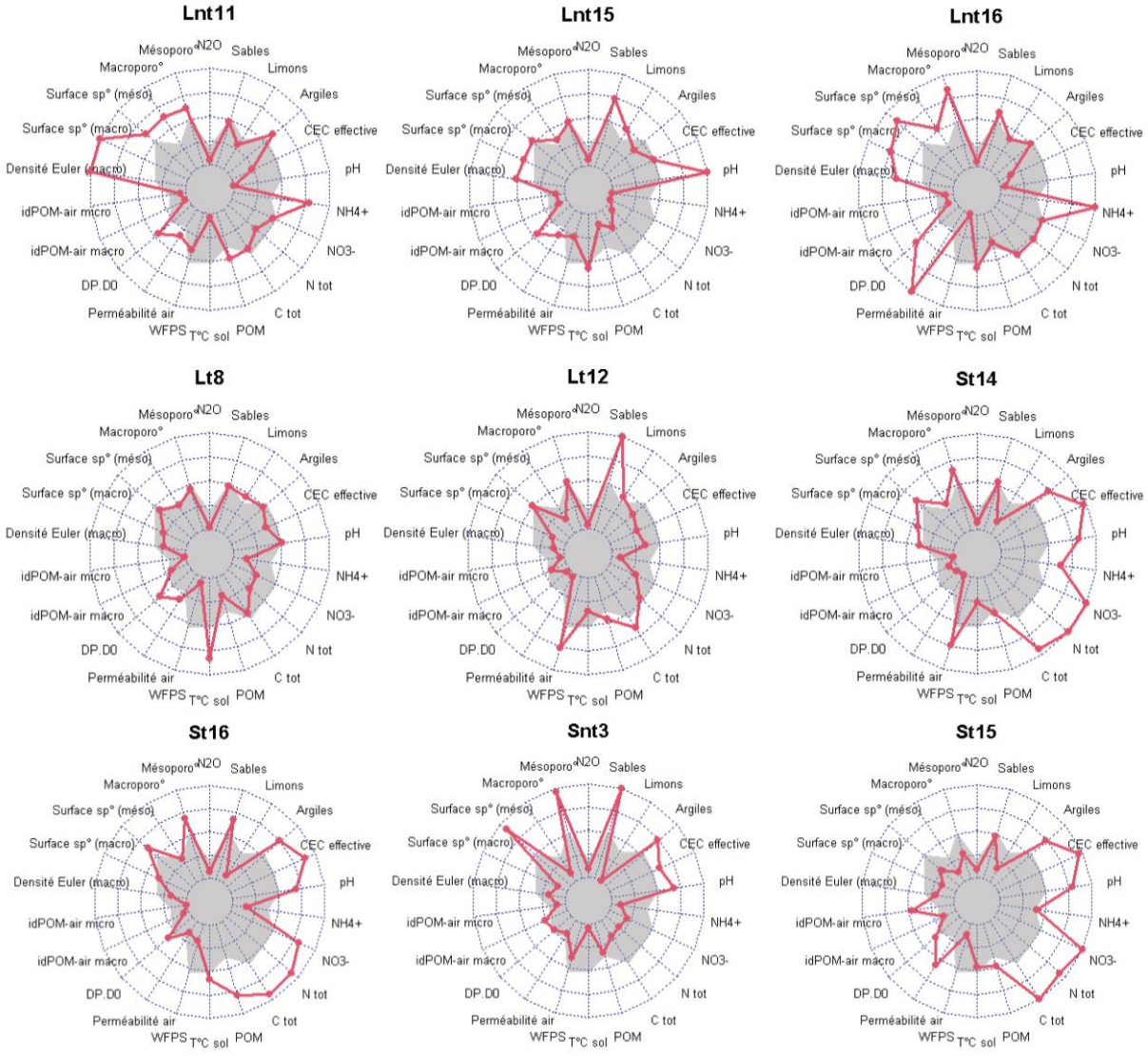
Annexe 14 : Placette de prélèvement SNT11. D'anciens résidus de culture (chaumes de maïs) ont probablement été également prélevés au sein des cylindres de sol lors de la campagne de prélèvement.



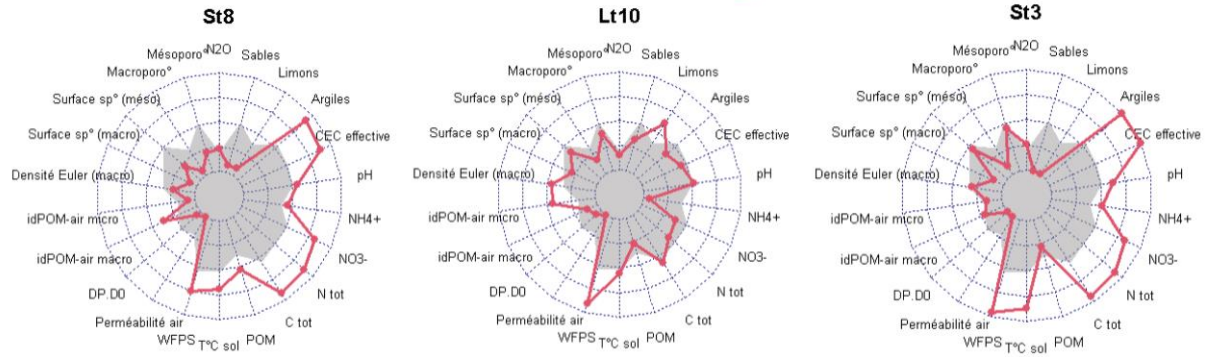
annexe 15 : Cette annexe fait écho aux diagrammes radar projetés dans la Figure 67. Projection des 12 placettes d'intérêt restantes parmi les 24. Réalisation de diagrammes radar représentant l'intégralité des facteurs analysés (paramètres structuraux et proximaux). Chacun des facteurs a été normalisé de 0 à 1 (avec n = 24 valeurs), afin de pouvoir être projeté sur un seul et même plan. Pour chaque facteur, le profil de la placette d'intérêt en question peut ainsi être comparé au profil moyen calculé sur l'ensemble du jeu de données, matérialisé par la zone grise.

Diagrammes radar de l'ensemble des variables environnementales analysées

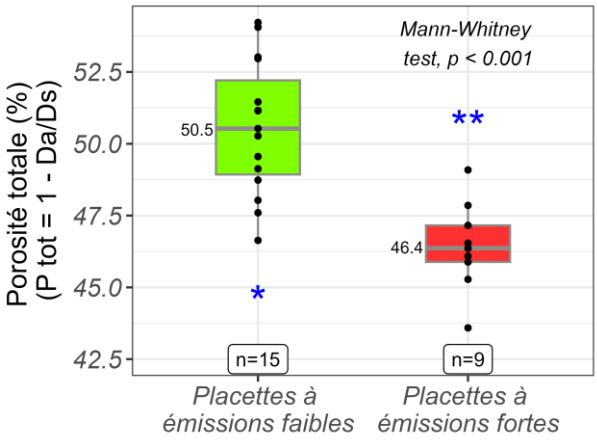
Placettes de sol à émissions de N_2O **faibles**



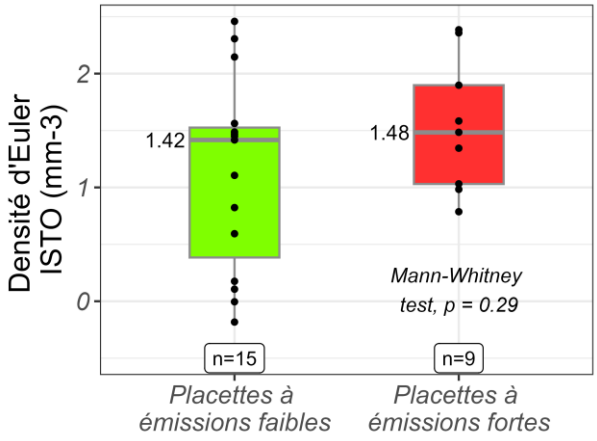
Placettes de sol à émissions de N_2O **fortes**



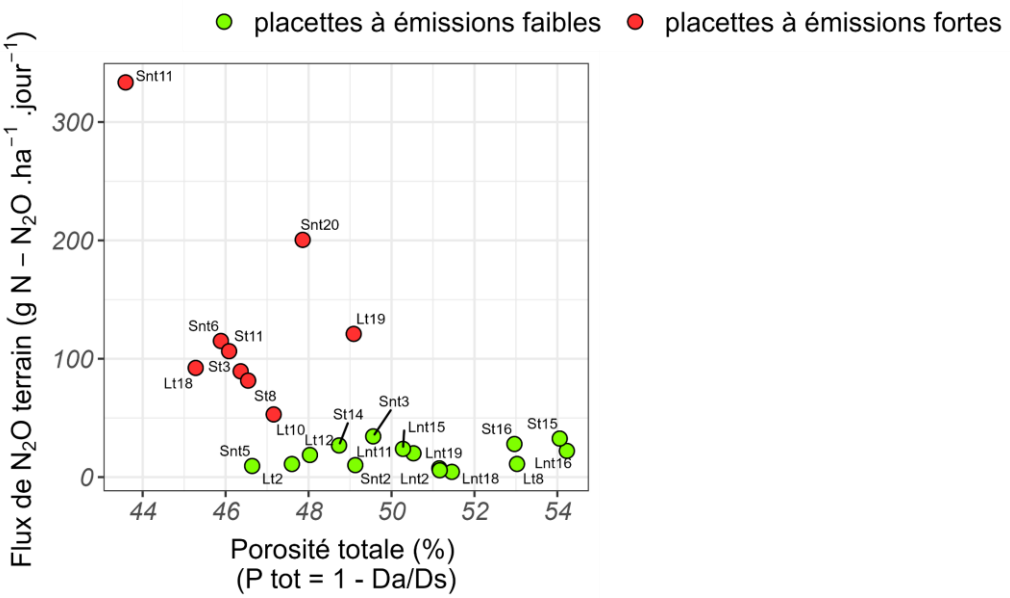
annexe 16 : Pour la porosité totale (calculée avec la masse volumique, avec D_s = 2.65), comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). Le test de Mann-Whitney a été réalisé, et une différence significative a été détectée entre les deux échantillons.



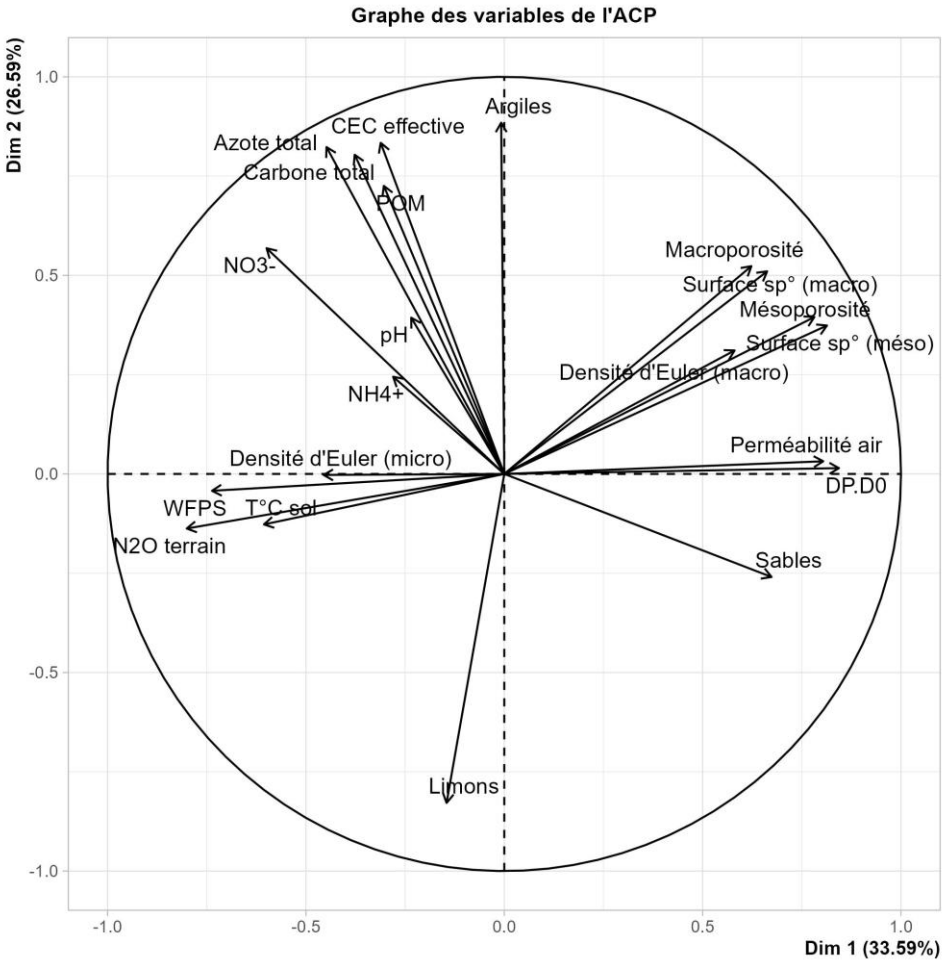
annexe 17 : Pour la connectivité calculée à l'échelle de la microstructure (densité d'Euler à la résolution de 15 µm), comparaison entre les placettes à émissions faibles (n = 15) et fortes (n = 9). Le test de Mann-Whitney a été réalisé, et une différence significative a été détectée entre les deux échantillons.



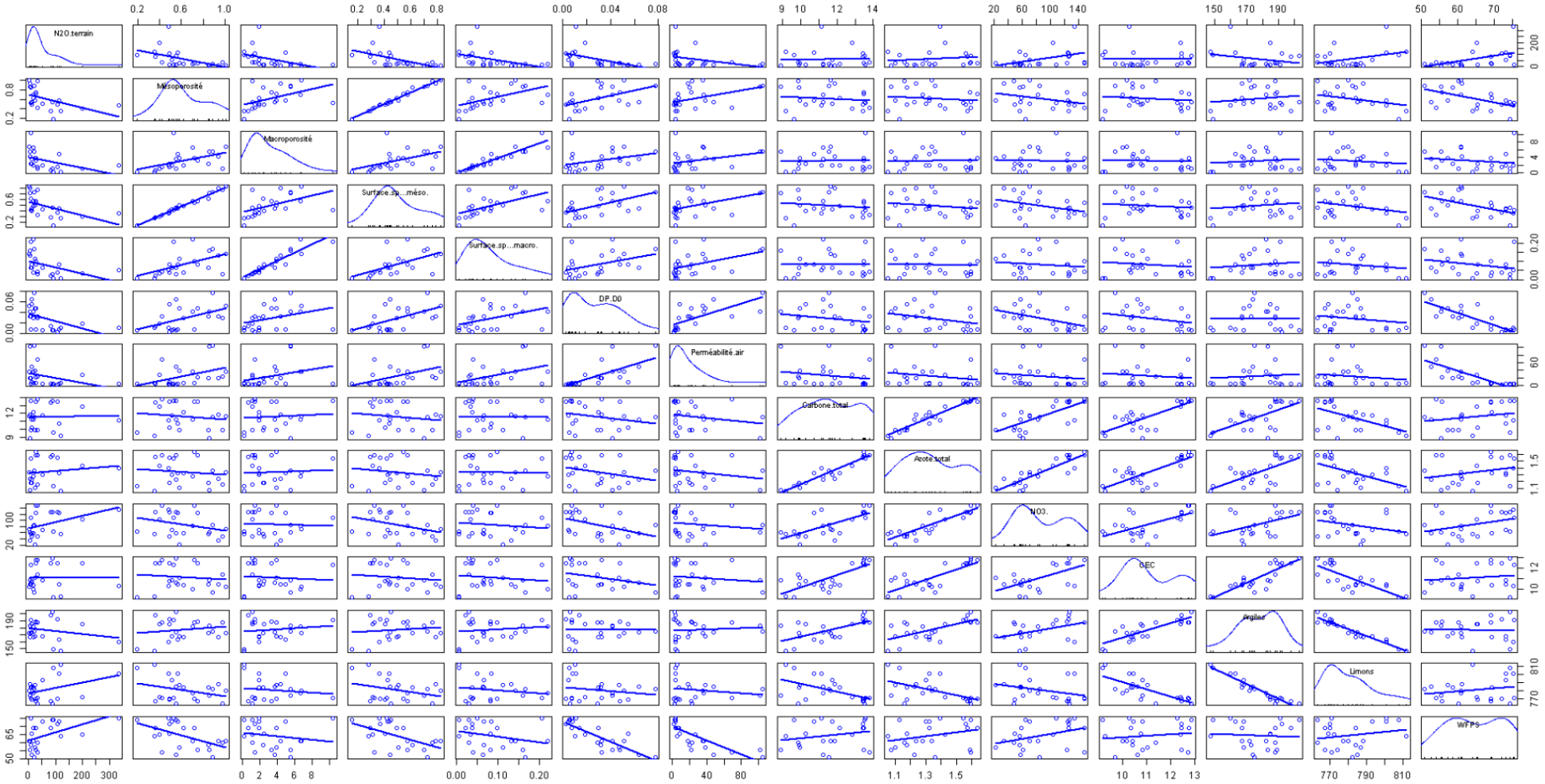
annexe 18 : Nuage de points décrivant la porosité totale, obtenue grâce aux valeurs de masse volumique, pour les 24 placettes d'intérêt en fonction des émissions de N_2O mesurées lors de la campagne de terrain.



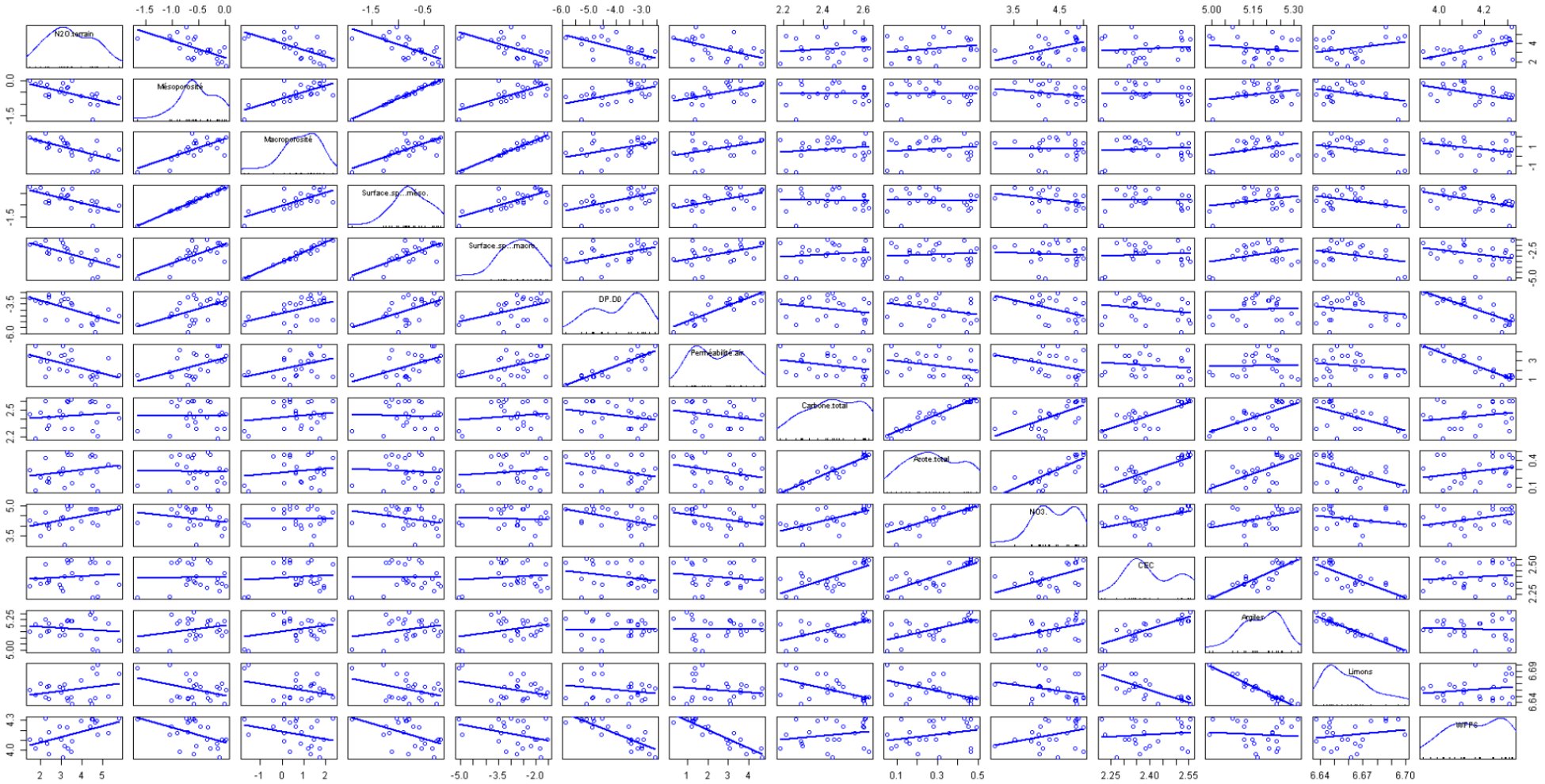
annexe 19 : ACP : projection de toute les variables correspondantes aux facteurs structuraux et environnementaux analysés. Certains vecteurs (= *eigenvectors*) ont été détectés par l'application *PCAshiny* comme ne contribuant pas suffisamment aux axes factoriels 1 et 2, les rendant ainsi ininterprétables.



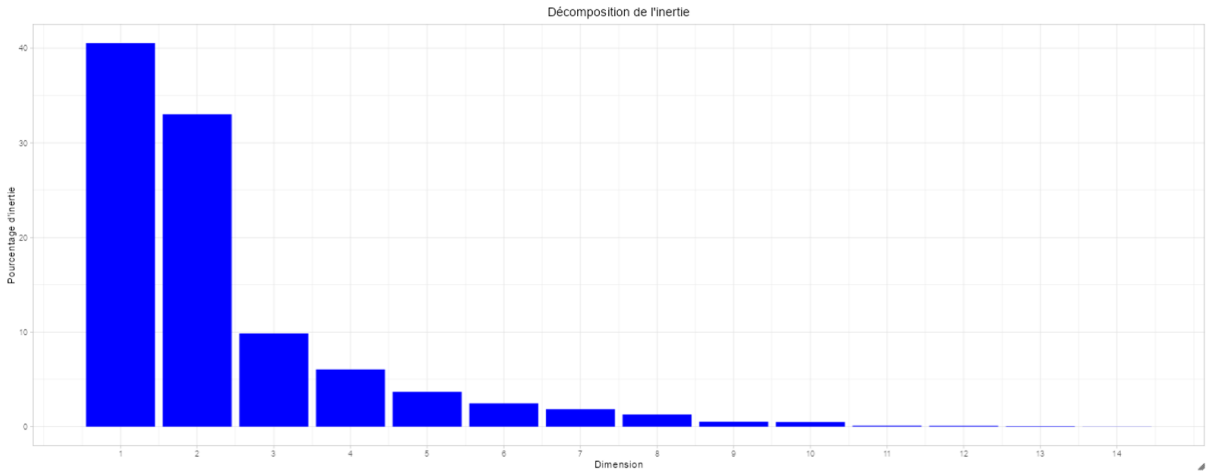
annexe 20 : Scatterplots de l'ensemble des relations entre variables présentées dans l'ACP, liant les émissions de N_2O et les facteurs structuraux et environnementaux (chapitre 5). Les distributions ne sont pas toutes normales et linéaires, certaines sont bimodales.



annexe 21 : Scatterplots de l'ensemble des relations entre variables présentées dans l'ACP, liant les émissions de N_2O et les facteurs structuraux et environnementaux (chapitre 5), après une transformation logarithmique. Certaines distributions demeurent bimodales.



annexe 22 : Selon le critère de Kaiser (valeur propre supérieure à 1) et l'application *PCAshiny*, seuls les deux premiers axes ont été retenus dans l'ACP liant les émissions de N_2O mesurées sur le terrain, les indicateurs structuraux étudiés et les autres facteurs environnementaux analysés. Seuls ces deux premiers axes sont potentiellement porteurs d'une véritable information. Le pourcentage cumulé de la variance totale portée par les deux premiers axes est d'environ 73 %, ce qui est satisfaisant.



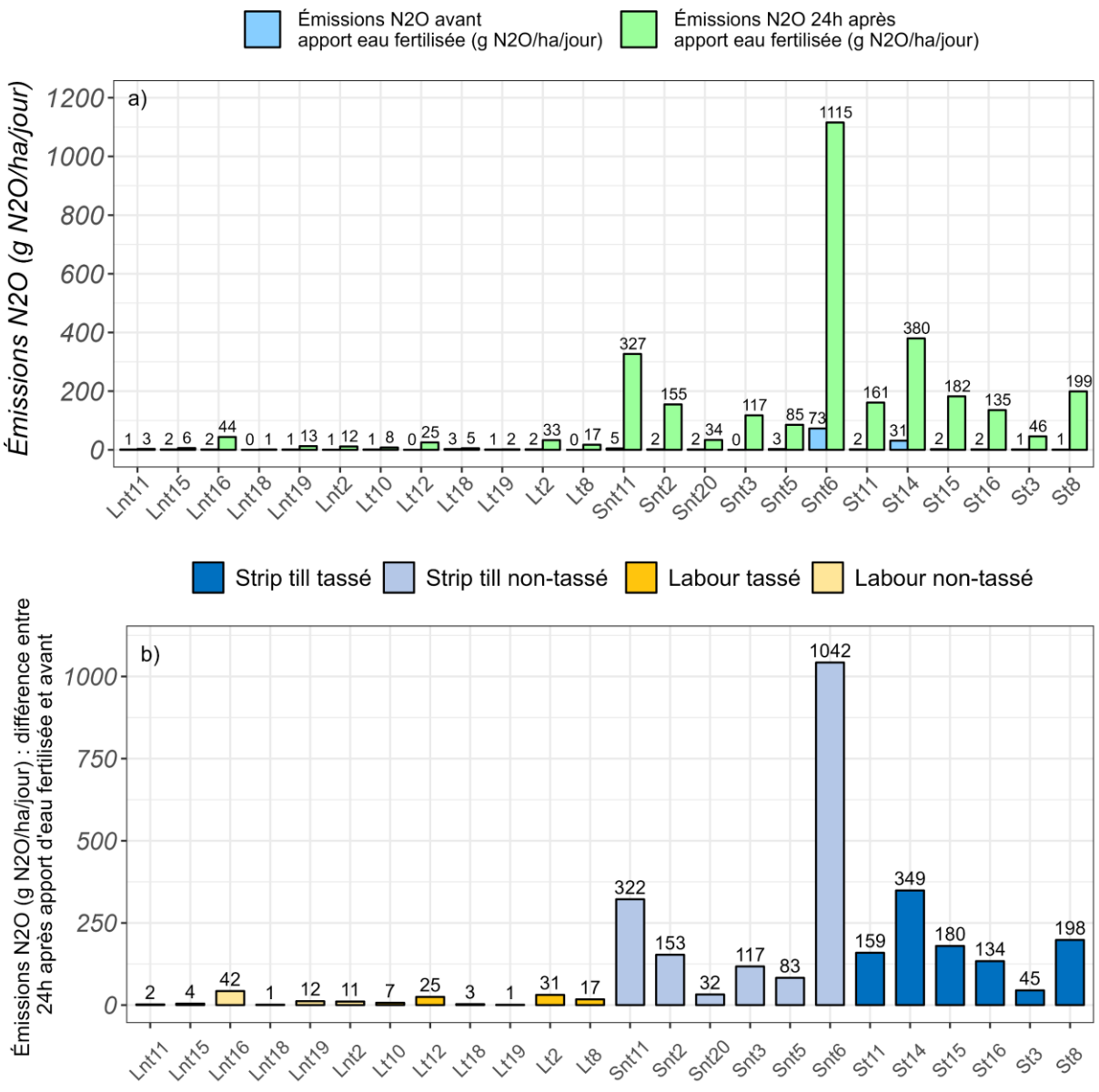
	Dim.1	Dim.2	Dim.3	Dim.4	Dim.5	Dim.6	Dim.7	Dim.8
Eigenvalue	5.675	4.622	1.38	0.847	0.515	0.345	0.258	0.18
Pourcentage variance totale	40.538	33.018	9.854	6.049	3.681	2.465	1.845	1.287
Pourcentage cumulé variance totale	40.538	73.556	83.41	89.459	93.14	95.606	97.451	98.739

annexe 23 : Classification de la vitesse de circulation de l'air dans le sol en fonction de la perméabilité à l'air, d'après Fish & Koppi (1994).

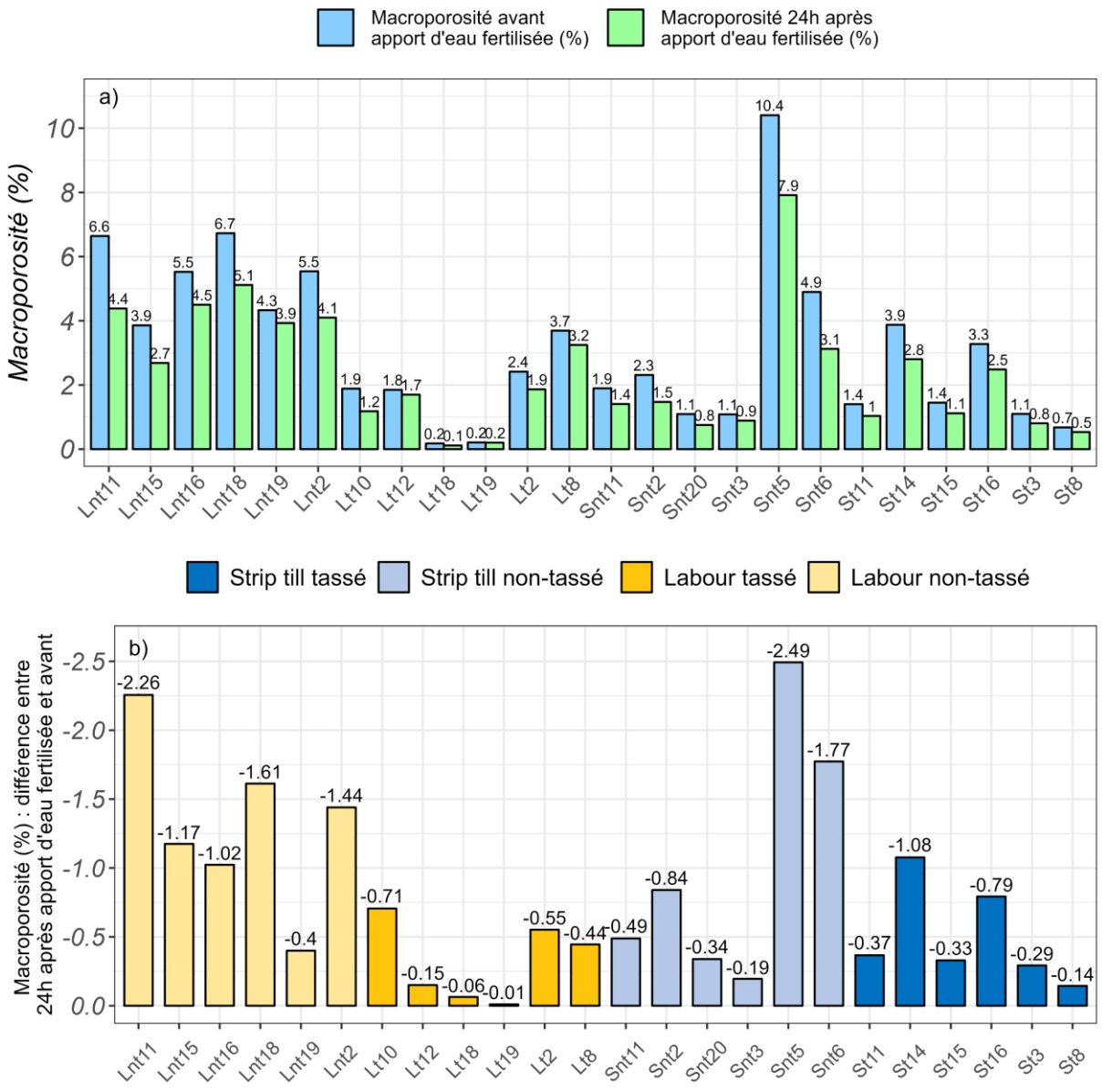
Rates of intrinsic air permeability and their corresponding classes

Intrinsic air permeability, k_a (μm2)	Class
$\leqslant 20$	Very slow
21–50	Slow
51–100	Moderate
101–200	Fast
$\geqslant 201$	Very fast

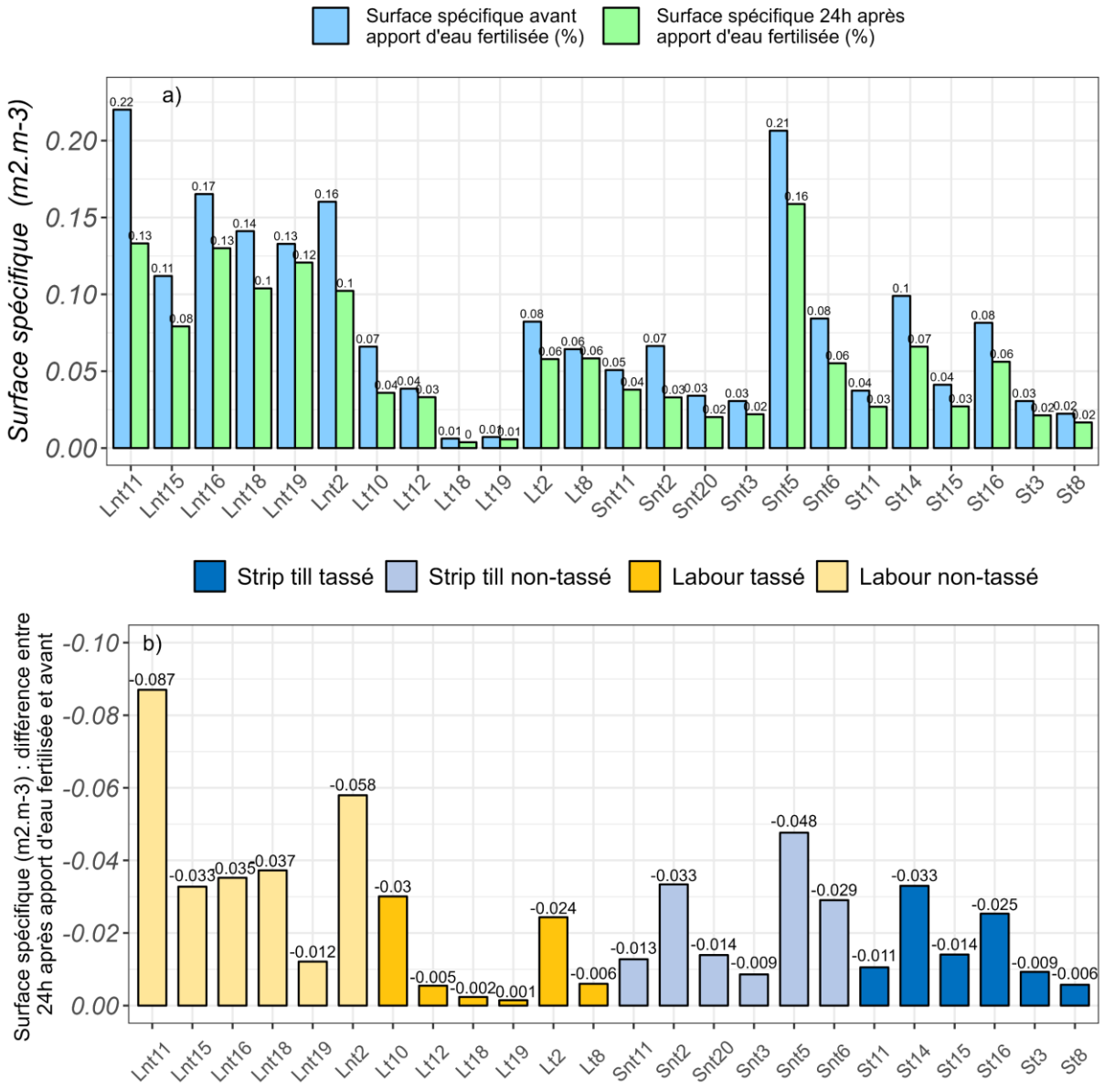
annexe 24 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme des émissions de N_2O mesurées en laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre les émissions de N_2O mesurées 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau.



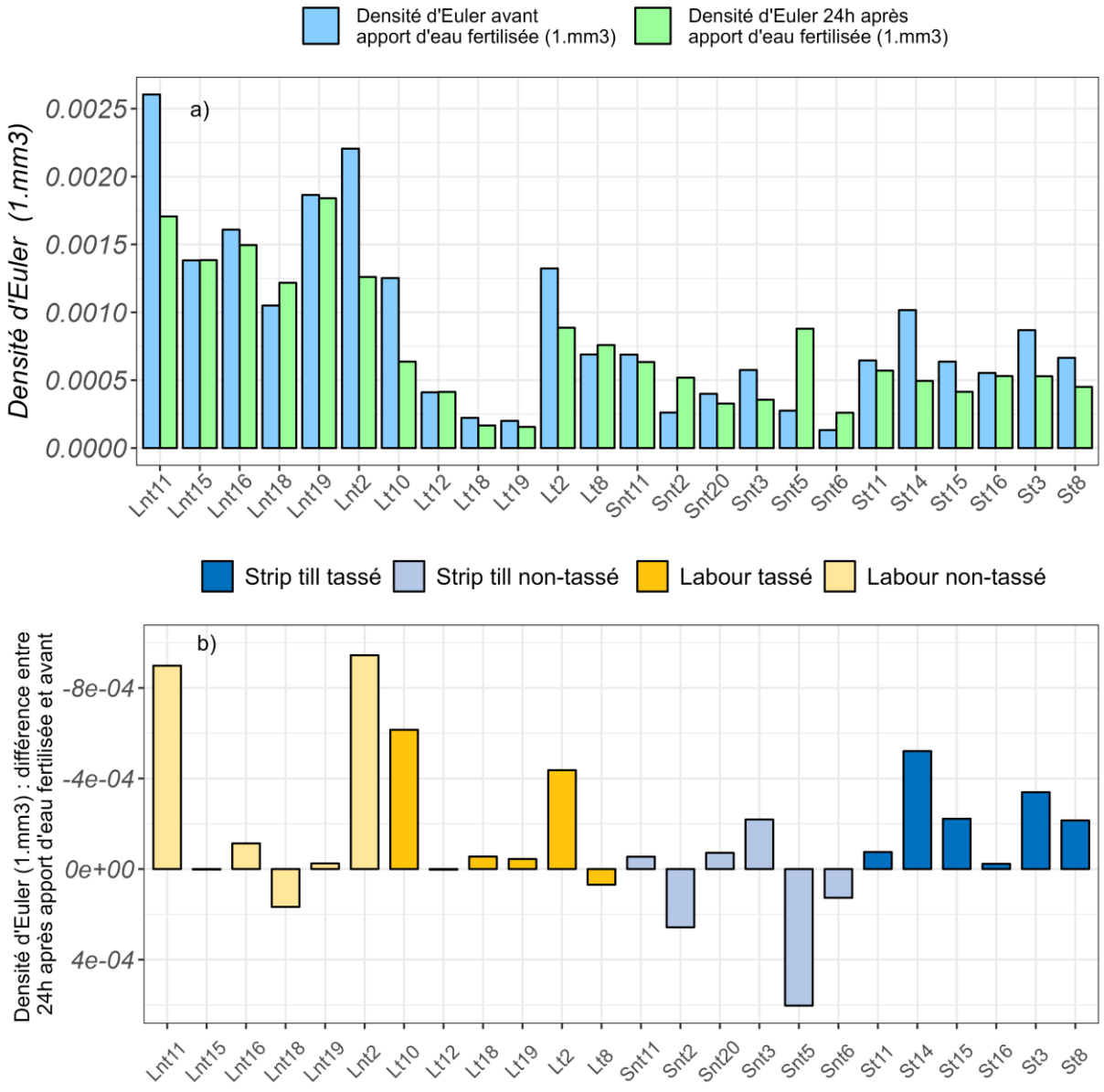
annexe 25 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme de la macroporosité mesurée sur les sols contenus dans les cylindres lors de l'expérience de laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre la macroporosité mesurée 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau.



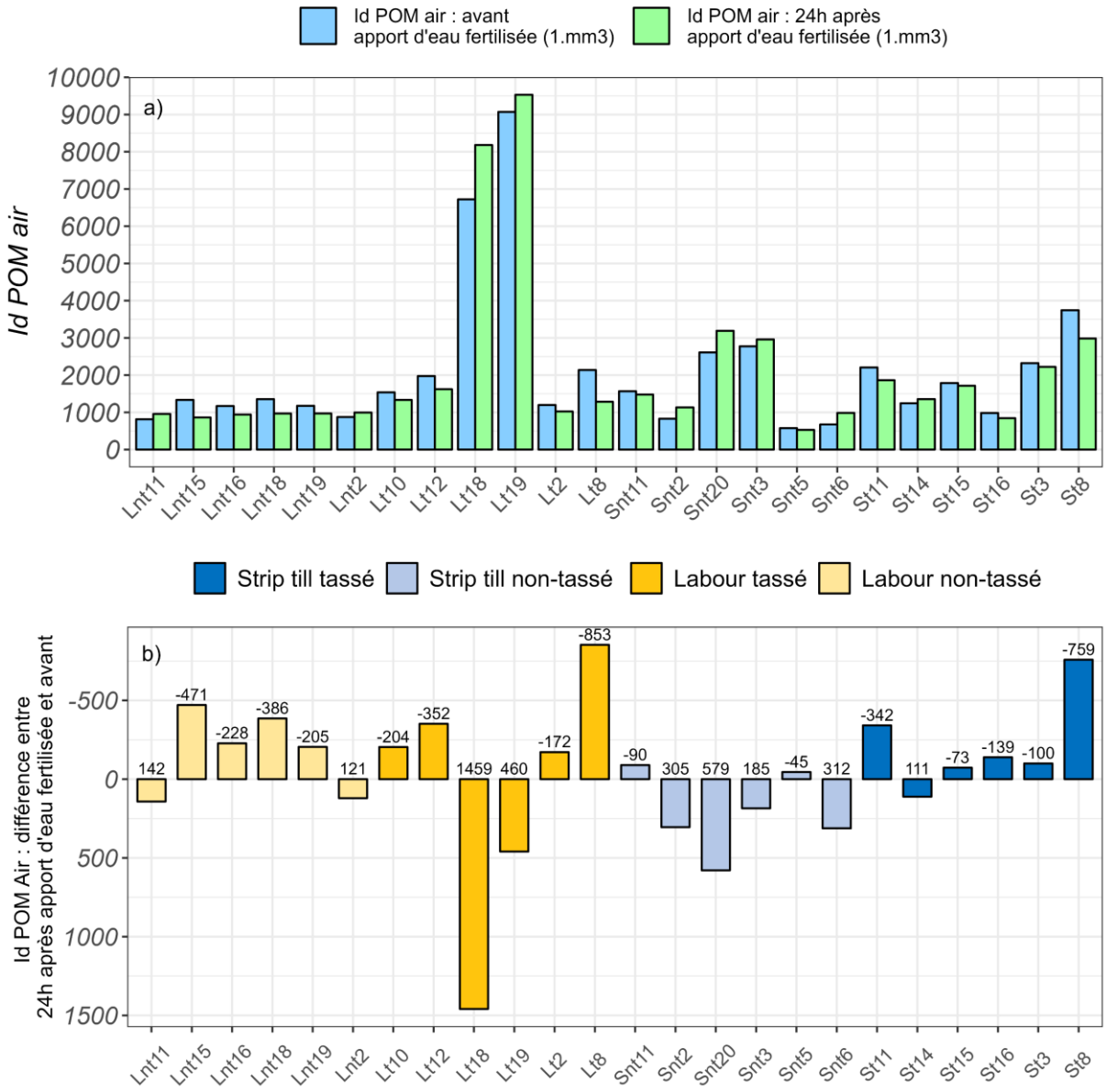
annexe 26 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme de la surface spécifique mesurée sur les sols contenus dans les cylindres lors de l'expérimentation de laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre la surface spécifique mesurée 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau.



annexe 27 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme de la densité d'Euler mesurée sur les sols contenus dans les cylindres lors de l'expérimentation de laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre la densité d'Euler mesurée 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau.



annexe 28 : En a) : pour chacune des 24 placettes d'intérêt, histogramme de l'indice *Id* $_{POM-air}$ mesuré sur les sols contenus dans les cylindres lors de l'expérimentation de laboratoire, avant l'apport d'eau fertilisée et 24h après. En b) : histogramme des différences entre l'indice *Id* $_{POM-air}$ mesuré 24h après l'apport d'eau fertilisée et avant apport d'eau.





Exploration des relations entre la structure d'un sol cultivé, étudiée à deux échelles, et les émissions de protoxyde d'azote (N_2O)

Soutenance de thèse - Emile Maillet - 14 mai 2024

Direction de thèse :

Isabelle COUSIN, INRAE

Agnès GROSSEL, INRAE

Marine LACOSTE, INRAE

Rapporteurs :

Laurent LASSABATERE, ENTPE

Françoise WATTEAU, LSE

Examinateurs :

Patricia GARNIER, INRAE

Naoise NUNAN, CNRS

Christophe GUIMBAUD, LPC2E

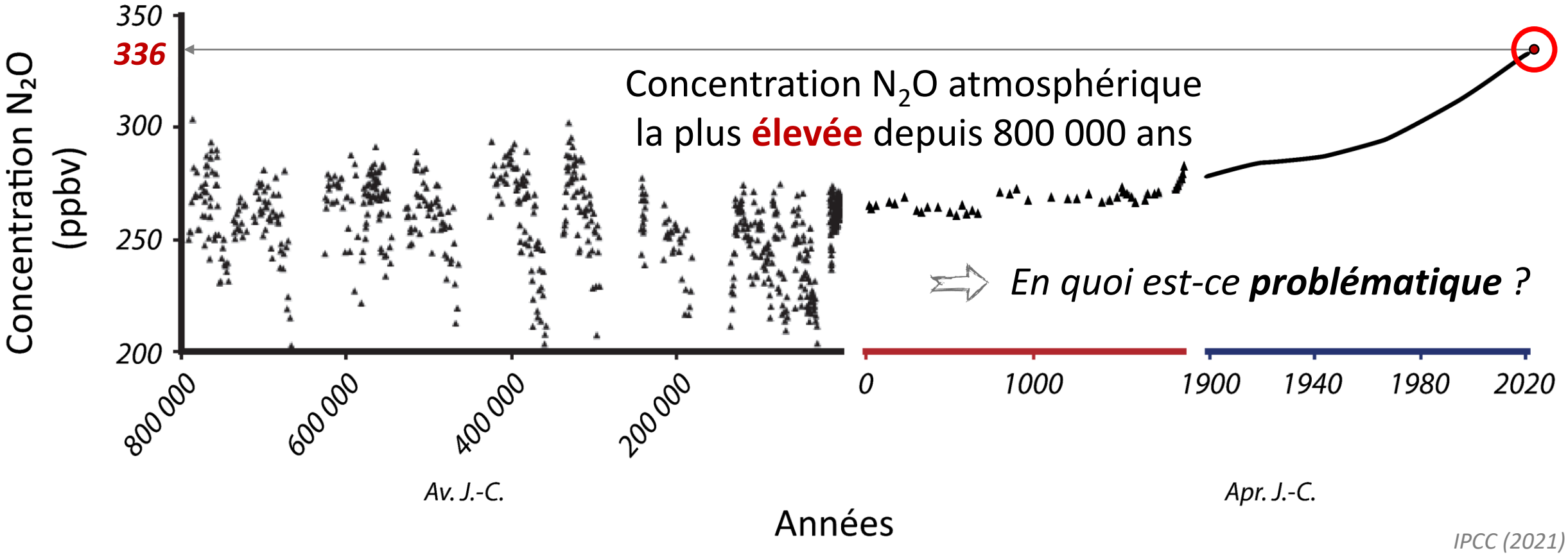
Enjeux environnementaux

Protoxyde d'azote (N_2O) = **gaz** produit naturellement par les sols et les océans

Concentration N_2O atmosphérique depuis 800 000 ans

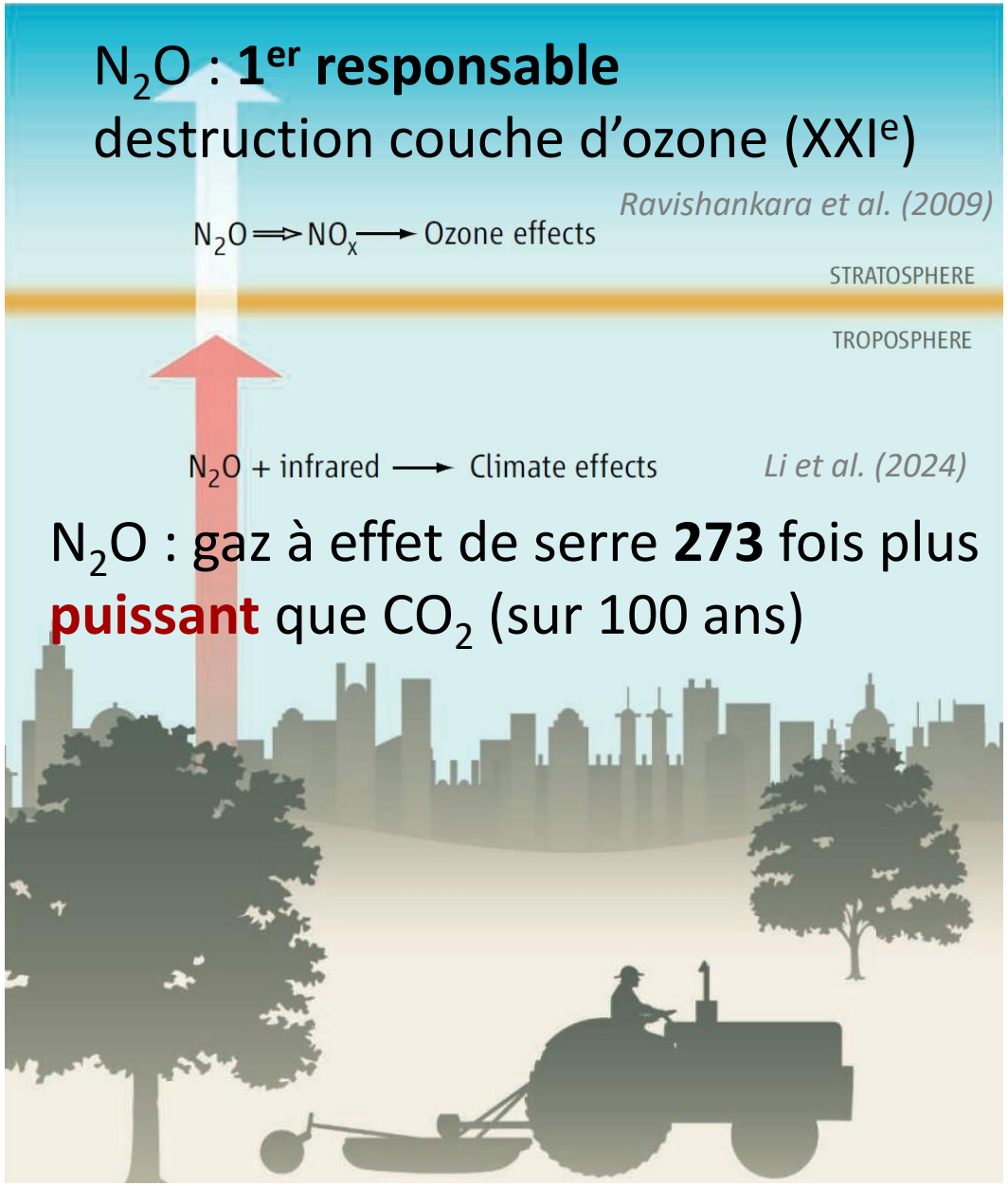
Tian et al. (2023)

*2022 : **336** ppbv*

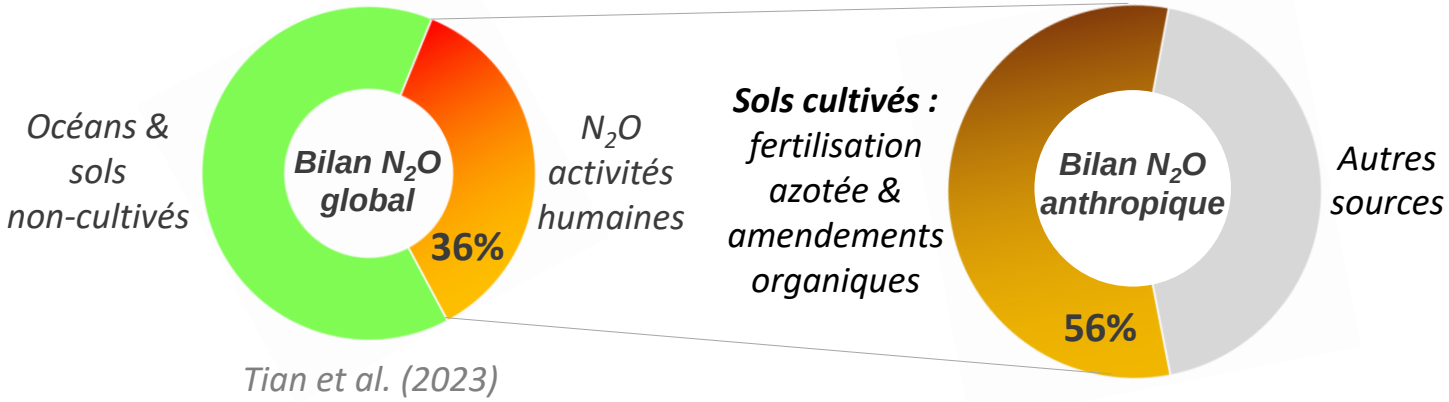


IPCC (2021)

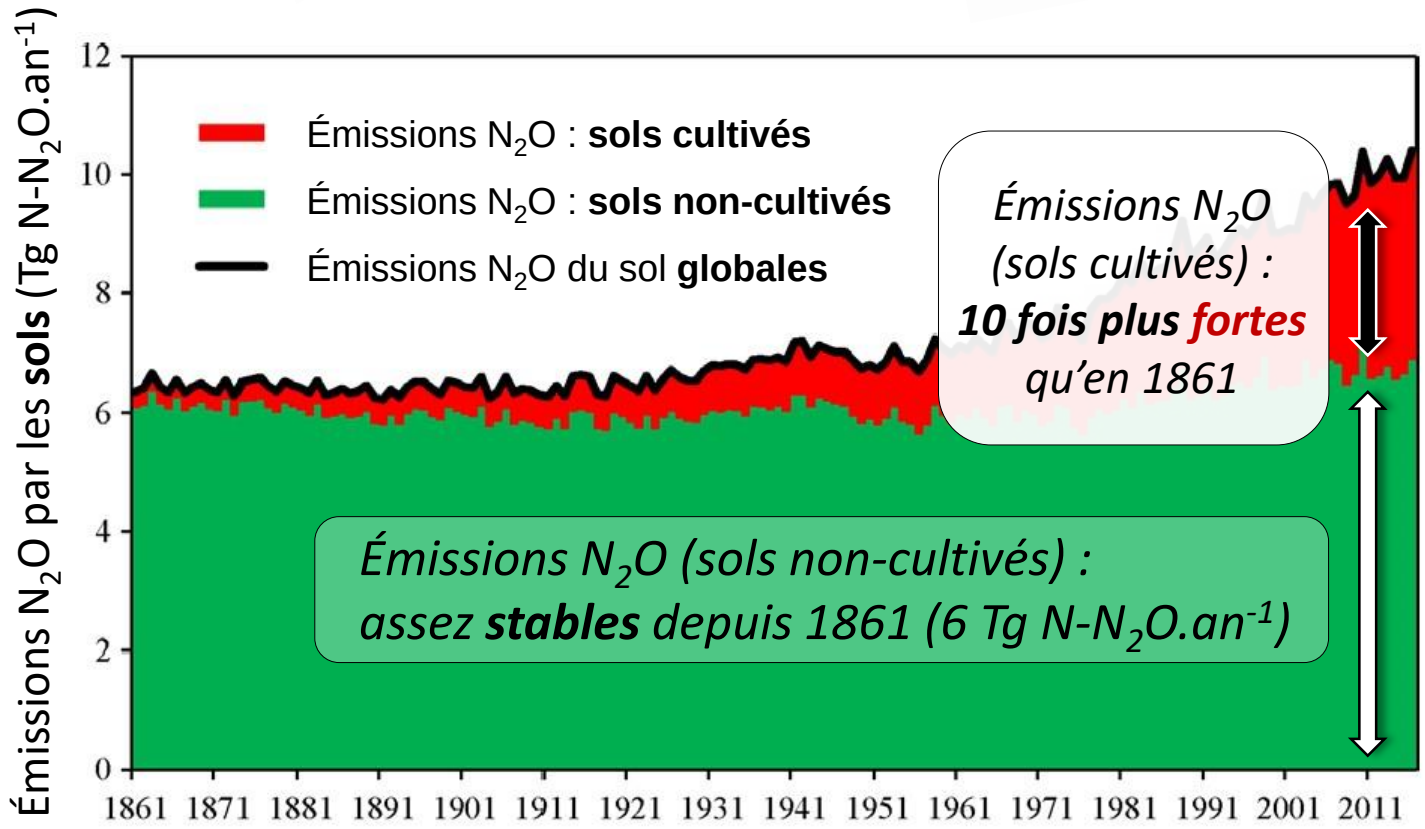
Enjeux environnementaux



Wuebbles (2009)



Tian et al. (2023)

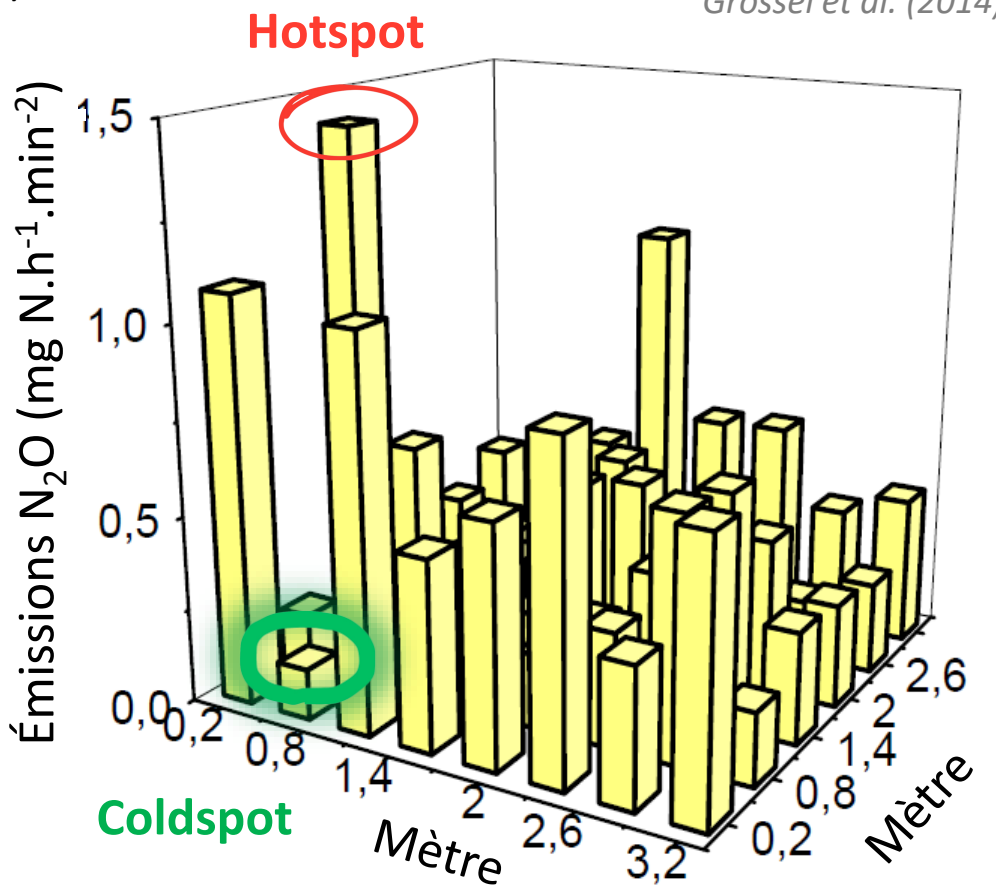


Tian et al (2019)

Enjeux environnementaux

À l'échelle intraparcellaire, à l'instant t :
zones **fortement** ou **faiblement** émettrices de N_2O (**hotspots** vs. **coldspots**)

Grossel et al. (2014)

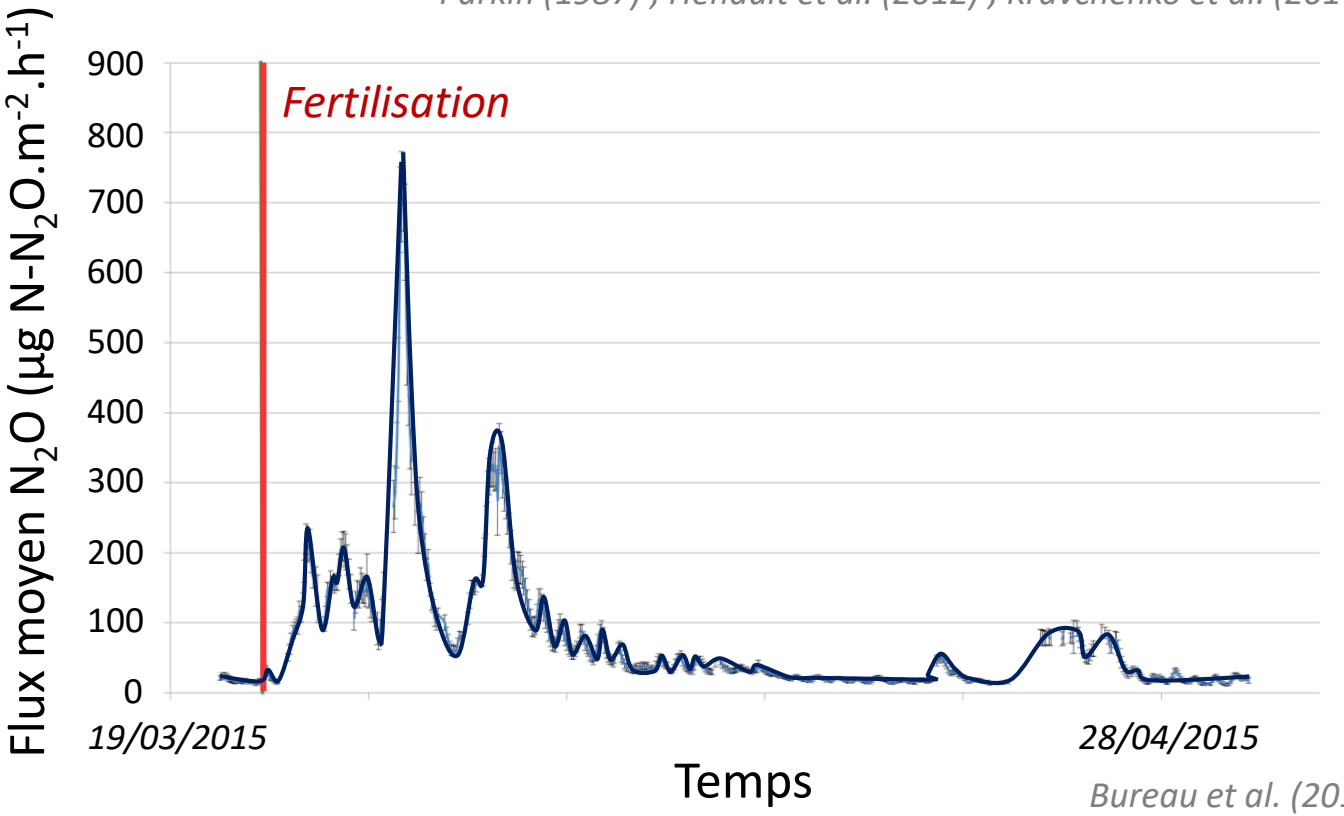


Mesure et prédiction des émissions de N_2O **délicates**

Tian et al. (2023)

⇨ **Très grande variabilité spatiale**, mais également **temporelle** des émissions de N_2O

Parkin (1987) ; Hénault et al. (2012) ; Kravchenko et al. (2017)



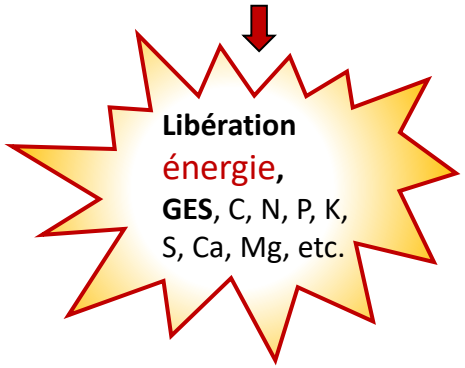
Bureau et al. (2017)

Production de N_2O dans le sol

- **N_2O** produit dans le sol principalement par **l'activité microbienne,** pendant la minéralisation des **matières organiques**



Baggs (2011) ; Li (2007) ; Farquharson & Baldock (2008)



- Nombreux chemins métaboliques existant à l'origine du N_2O

Dénitrification > **Nitrification**

Butterbach-Bahl et al. (2013) ; Robertson & Groffman (2015)

Respiration anaérobie *Respiration aérobie*

$NO_3^- \rightarrow NO_2^- \rightarrow NO \rightarrow \mathbf{N_2O} \rightarrow N_2$

Production N_2O : phénomène **multifactoriel**

- **Paramètres classiquement étudiés** : *oxygène, T°C du sol, pH, humidité du sol, disponibilité matières organiques & oxydants azotés*, etc.

⇨ Cadre physique de l'**habitat** des microorganismes producteurs de N_2O : **l'espace poreux** du sol

Émissions de N_2O par le sol

Cadre physique influençant la **production** du N_2O

⇕

Espace poreux du sol

Influence circulation ***atmosphère du sol***

Influence circulation ***solution du sol***

⇕

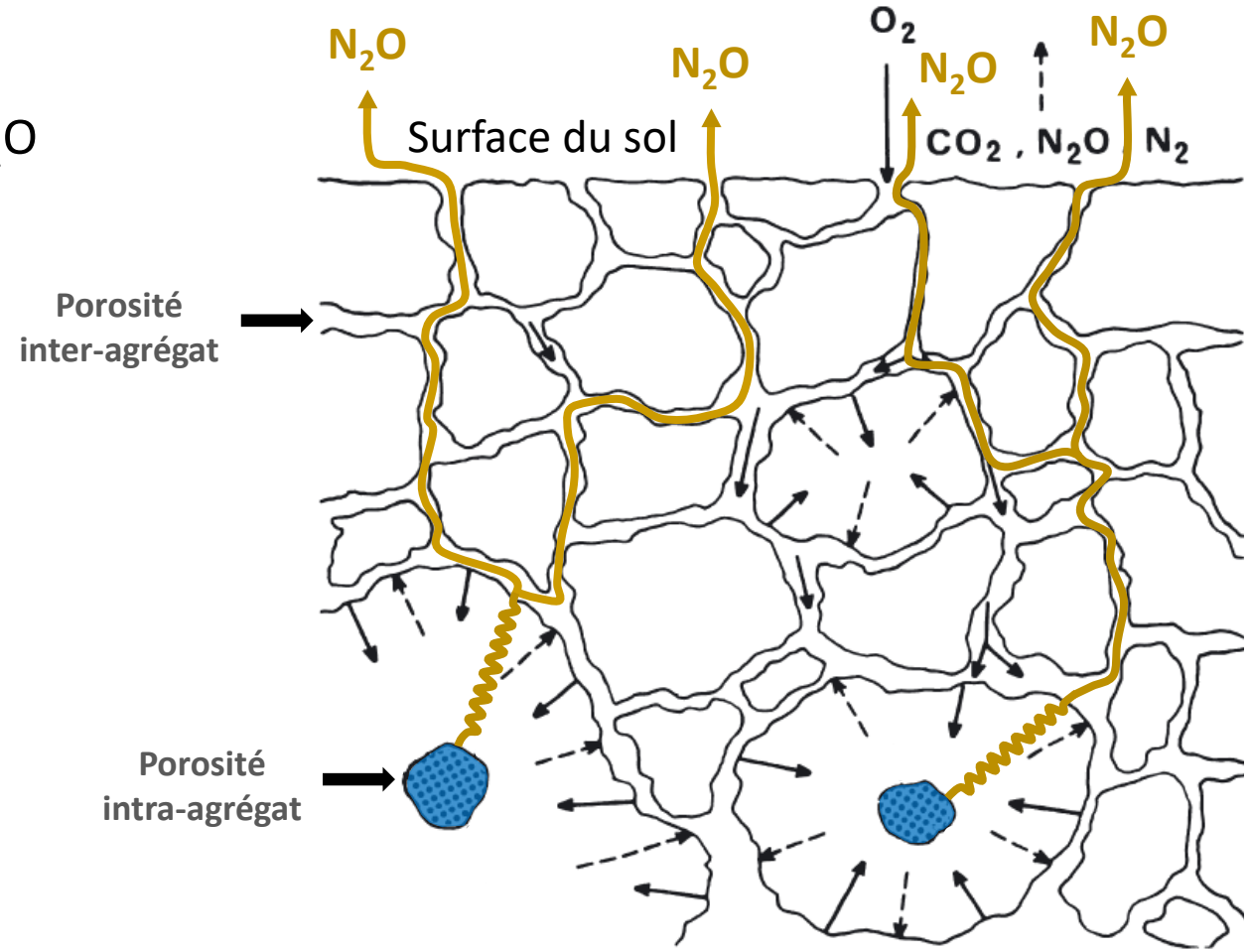
Cadre physique influençant les **transferts**

Fermeture porosité :

→ *Diminue transfert O_2 (favorise **dénitrification**)*

→ *Diminue transfert N_2O*

} **Effet antagoniste**



Ball (2013)

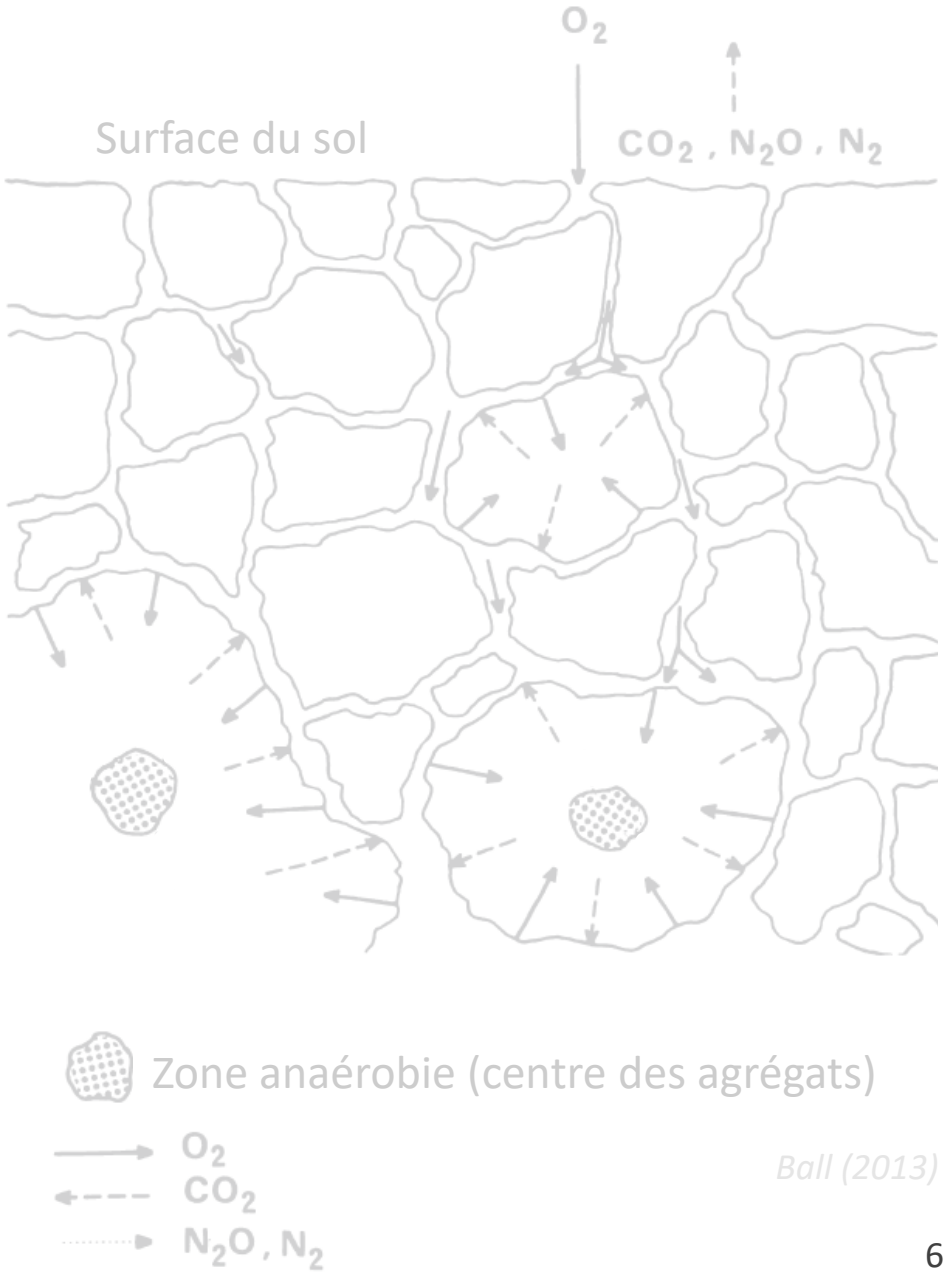
Questions de recherche

*« Dans quelle mesure la **structure du sol,** à toutes les échelles, contrôle-t-elle la variabilité des émissions de N_2O ? »*

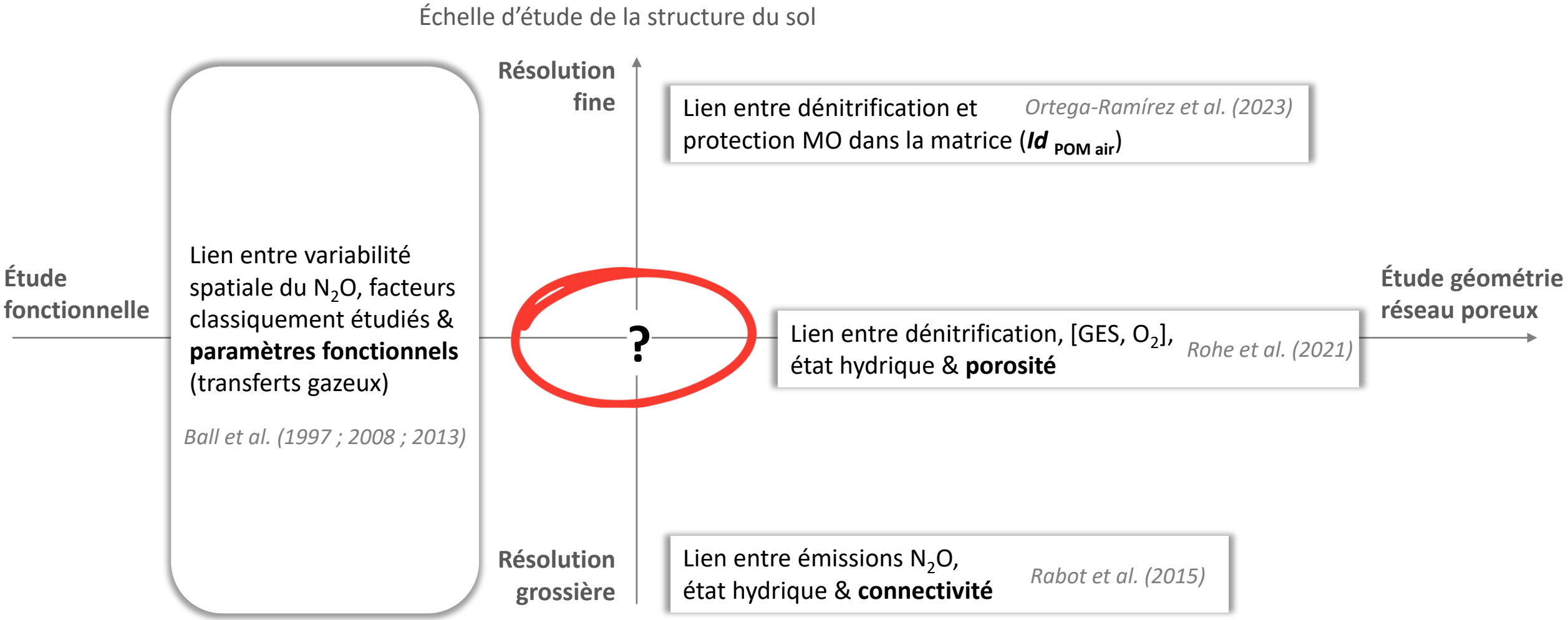
« La caractérisation de la structure du sol permet-elle d'affiner la compréhension du déterminisme des émissions de N_2O ? »

Hypothèses :

- La *microstructure* contrôle la production du N_2O
- La *macrostructrure* contrôle les transferts rapides



Analyse de la littérature



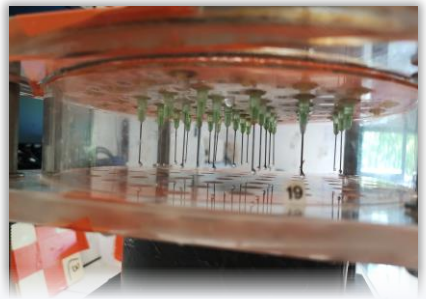
Démarche de l'étude

*« Dans quelle mesure la **structure du sol,** à toutes les échelles, contrôle-t-elle la variabilité des émissions de N_2O ? »*
« La caractérisation de la structure du sol permet-elle d'affiner la compréhension du déterminisme des émissions de N_2O ? »

⇨ Mise en œuvre d'une **étude *in situ*** (conditions réelles)



⇨ Mise en œuvre d'une **expérimentation de laboratoire** (conditions contrôlées)





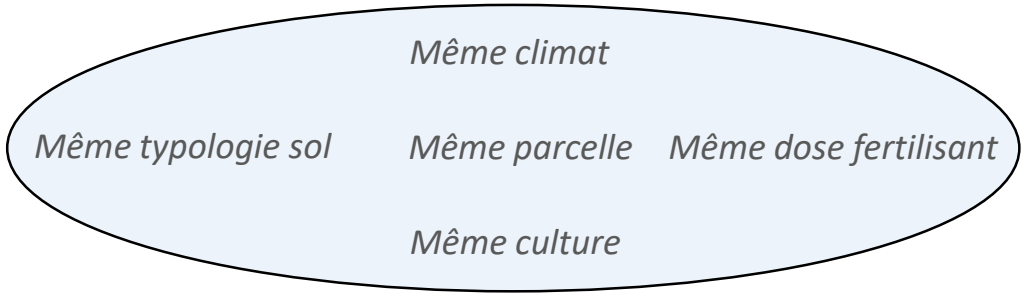


Démarche de l'étude

- Mesure émissions N_2O réalisée *in situ* : **intégratrices** des émissions « nettes » de N_2O

- Étude **synchronique** (3 jours, période de flux de N_2O contrastés)

- Étude réalisée dans :



⇒ Minimisation variation de nombreux facteurs susceptibles d'influencer les flux de N_2O, EXCEPTÉ la **structure du sol**

Structure du sol **constrastée** = contrôle N_2O ?

1) Mesure émissions N_2O
2) Mise en lumière **hotspots** & **coldspots** dans 2 pratiques agricoles différentes, 2 degrés tassement différents
3) Échantillonnage stratifié dans **hotspots** et **coldspots** :
   - Prélèvement vrac de sol (mesure nombreux facteurs)
   - Prélèvement cylindres sol (étude structure du sol)

Comment caractériser la structure du sol ?

Plus simple

- Paramètre physique classiquement étudié

Masse volumique

Porosité totale — *WFPS* → *« Proportion de l'espace poreux remplie d'eau »*

- Paramètres fonctionnels

Transferts gazeux

Diffusivité relative des gaz (diffusion) — *Perméabilité à l'air (advection)* ⇒

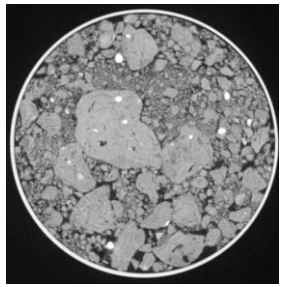
- Quantification d'un transfert de gaz à travers l'espace poreux
- Détermination paramètres « *proxy* » de la structure du sol

---

- Paramètres caractéristiques de la géométrie du milieu poreux

Plus complexe

Tomographie à rayons X



⇒

- Obtention d'une image 3D d'un volume de sol
- Détermination paramètres géométriques à plusieurs échelles (fonction de la résolution)

« Progresse-t-on dans la compréhension du déterminisme des émissions de N_2O ? »

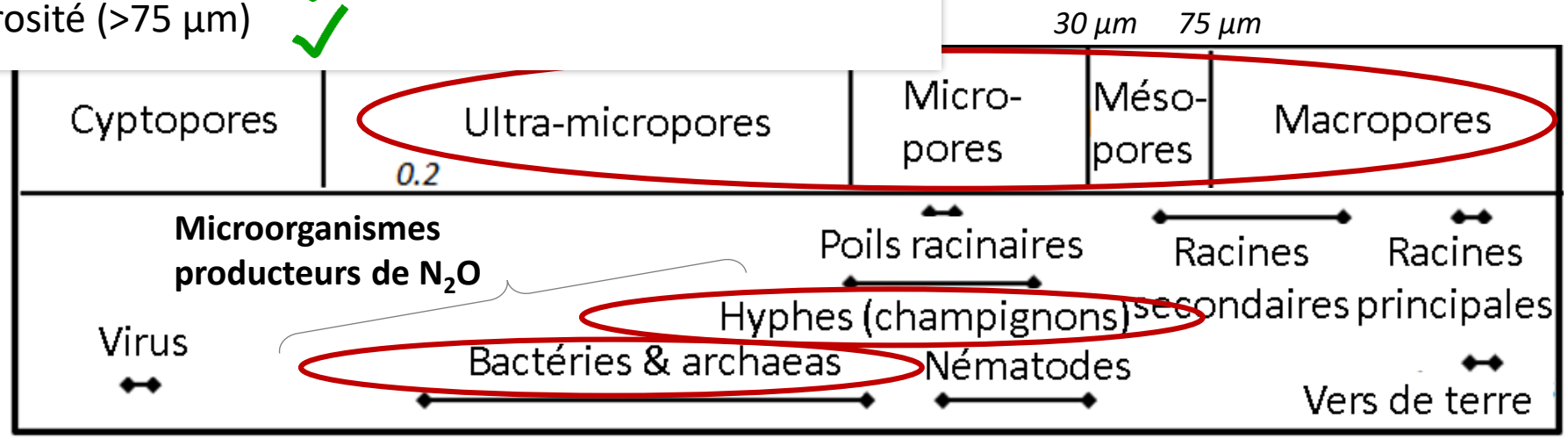
Caractérisation de la structure à plusieurs échelles

- Échelles d'intérêt : micro, méso & macrostructure
- Caractérisation microstructure ⇨ *Résolution images 3D requise ≈* ***1 µm*** ⇨ *Dimension échantillon sol (non-destructuré) nécessaire ≈* ***1 mm³*** ⇨ Volume élémentaire représentatif (REV) probablement **non-atteint** pour indicateurs structuraux calculés
- **L'idéal** : résolution quelque µm, pour un grand échantillon de sol… ➡ **Limitation technique**

Échelles d'étude souhaitées :
Microporosité (< 30 µm) = délicate à caractériser ✗
Mésoporosité (30-75 µm) ✓
Macroporosité (>75 µm) ✓

➡ **Transfert rapide** de l'eau ;
Transfert rapide N_2O vers l'atmosphère

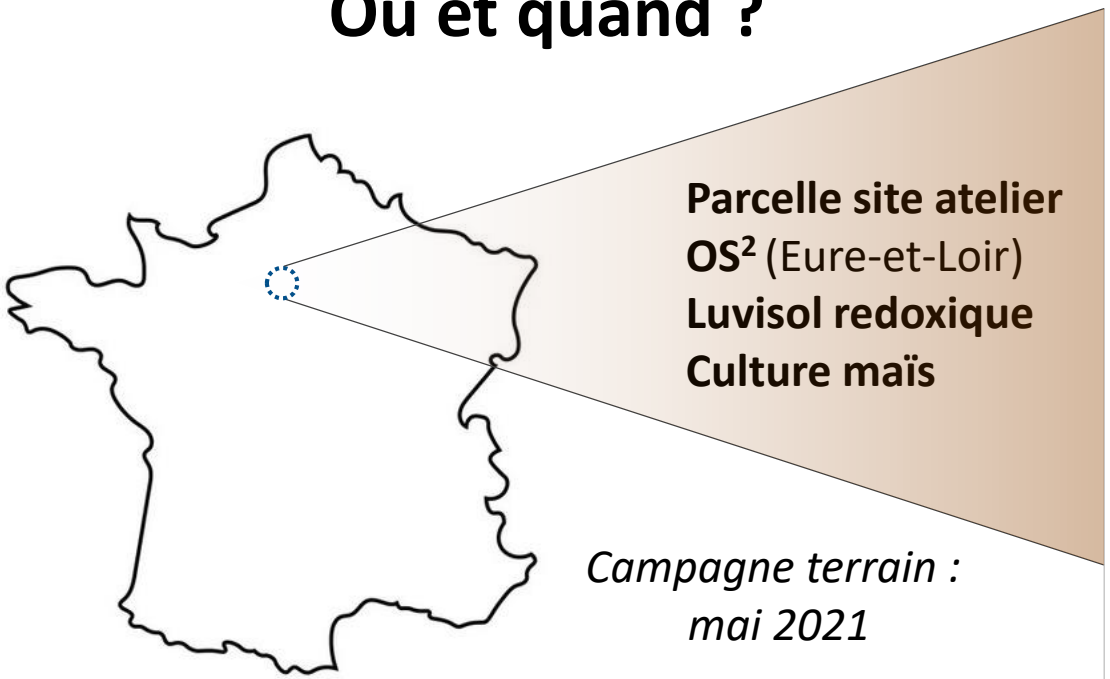
Kravchenko et al. (2017)



Cameron & Buchan (2006)

Site d'étude et mesure du N_2O : matériels & méthodes

Où et quand ?



Parcelle site atelier
OS² (Eure-et-Loir)
Luvisol redoxique
Culture maïs

Campagne terrain : mai 2021

Pic N_2O printanier sur OS²

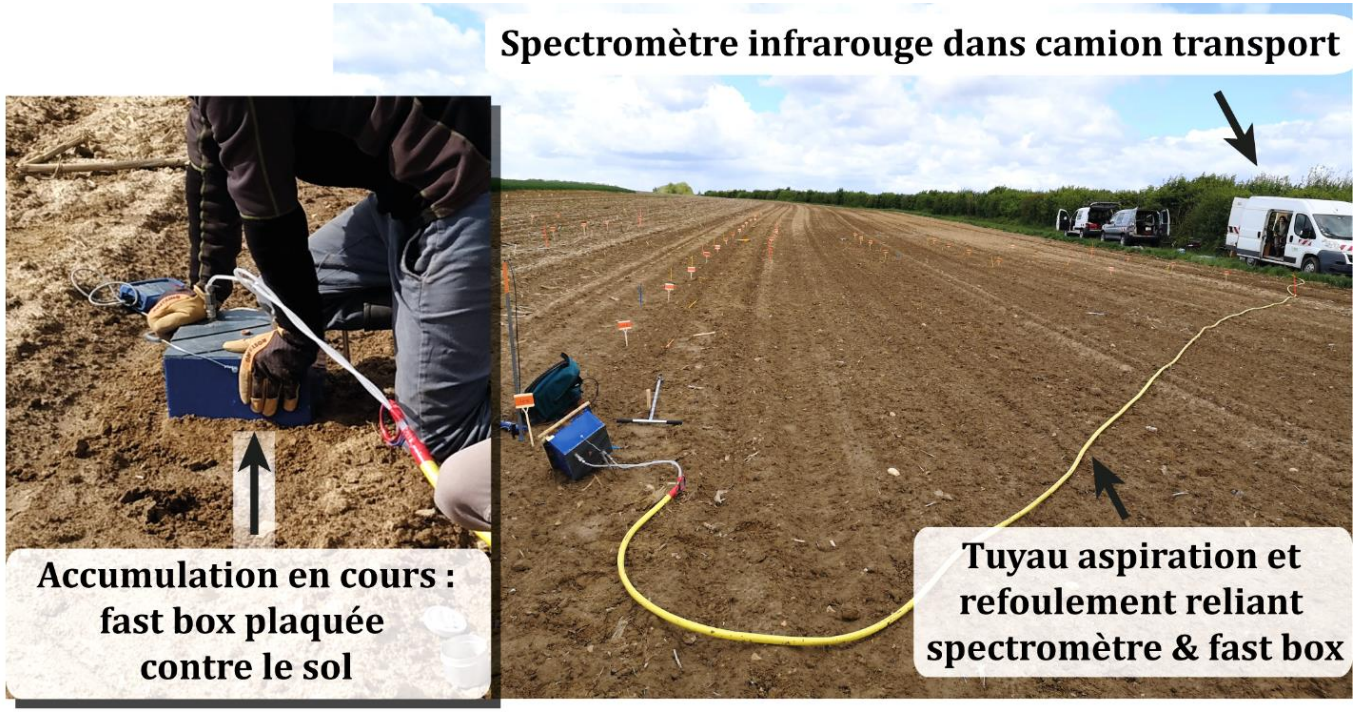
- *Campagne fertilisation*
- *Montée T°C*

Comment mesurer le N_2O ?

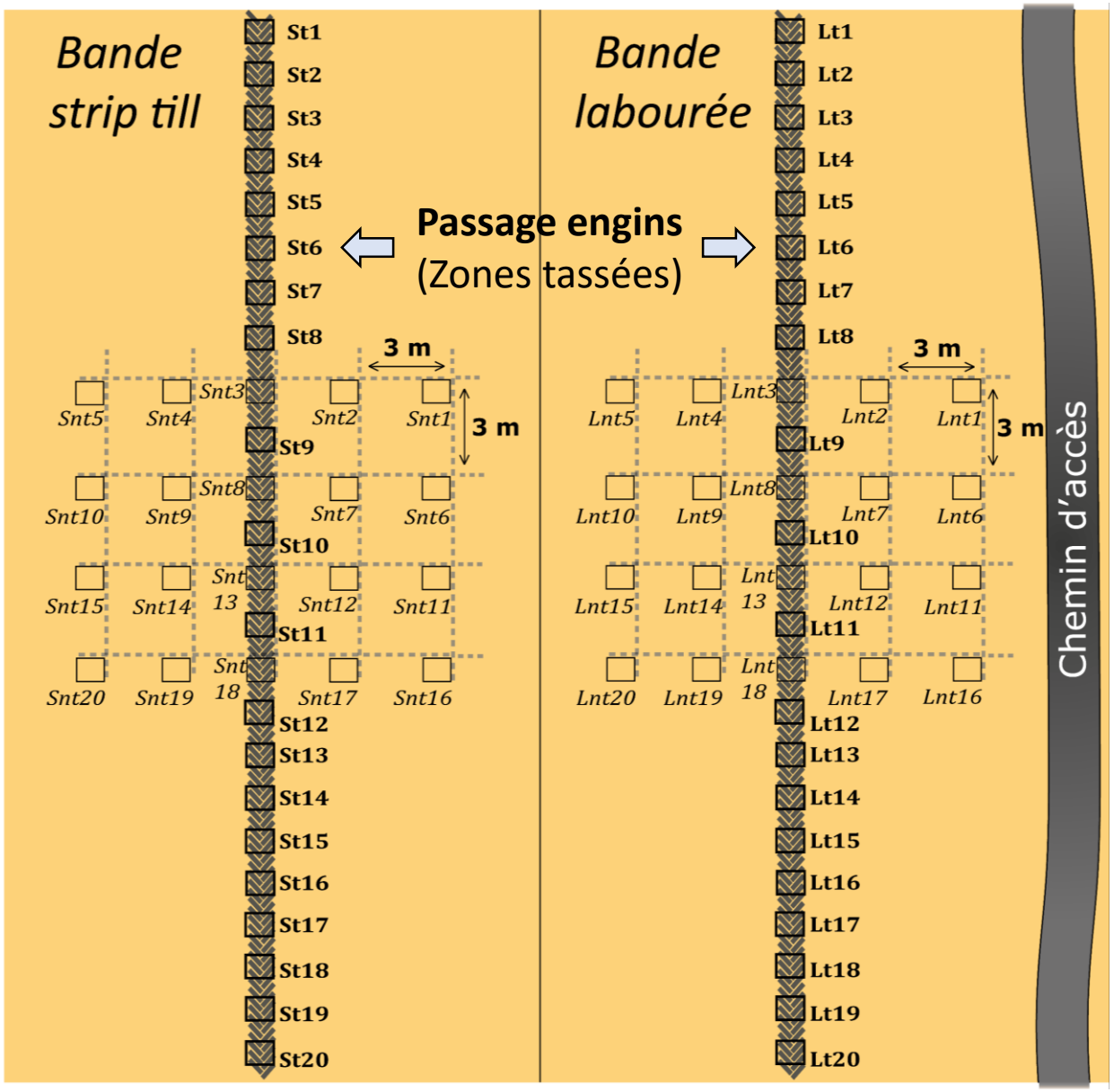
- Utilisation spectromètre infrarouge très sensible

Guimbaud et al. (2011)

⇨ Connecté à chambre atmosphérique dynamique (« fast box ») : fuites lors des mesures, mais incertitude générée beaucoup plus **faible** que la variabilité des flux de N_2O



Site d'étude et mesure du N_2O : matériels & méthodes



Émissions N_2O mesurées sur 80 placettes



2 pratiques agricoles

Strip till (S)

Labour conventionnel (L)

×

2 degrés de tassement

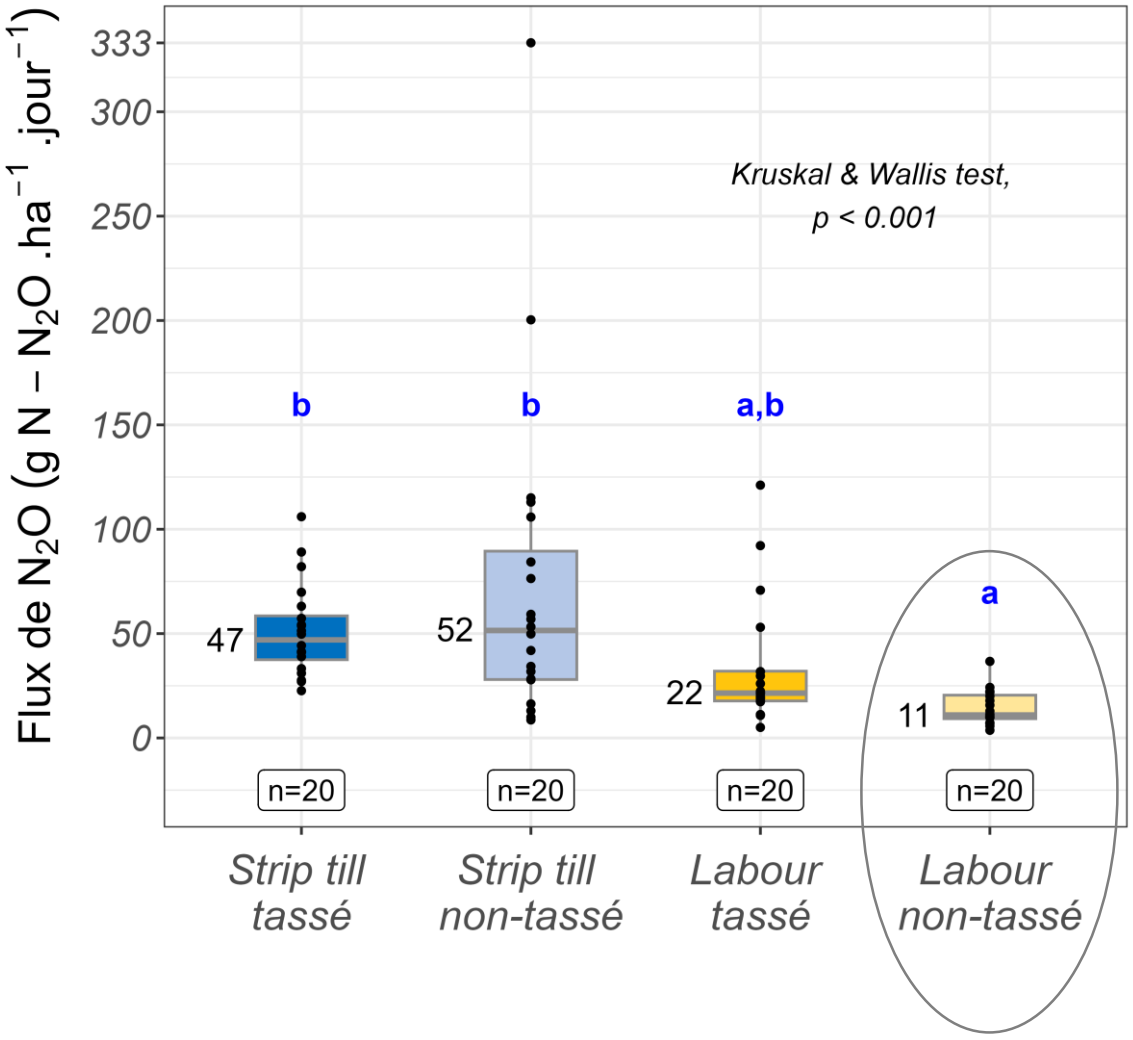
Zones non-tassées (-nt)

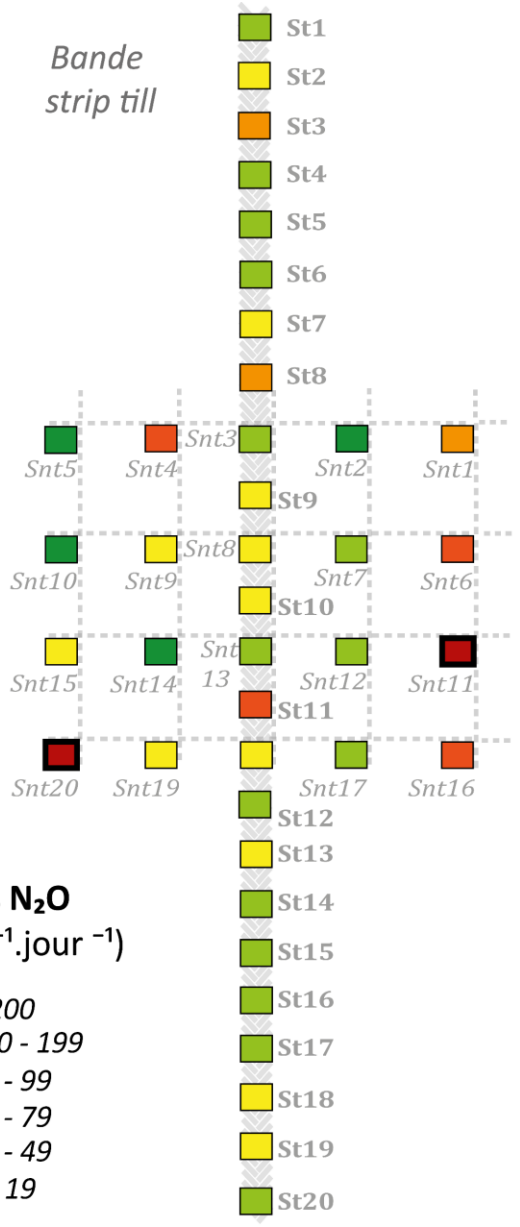
Zones tassées (-t)

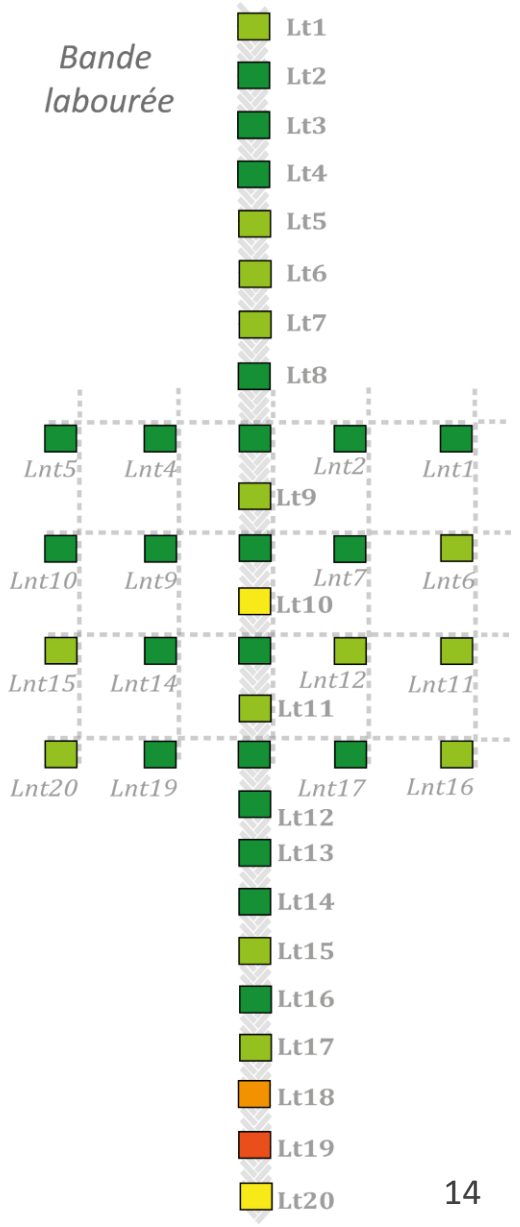
⇨ Émissions de N_2O étudiées dans les 4 modalités de travail du sol (n = 20)

(St, Snt, Lt, Lnt)

Comparaison flux de N_2O suivant les 4 modalités de travail du sol







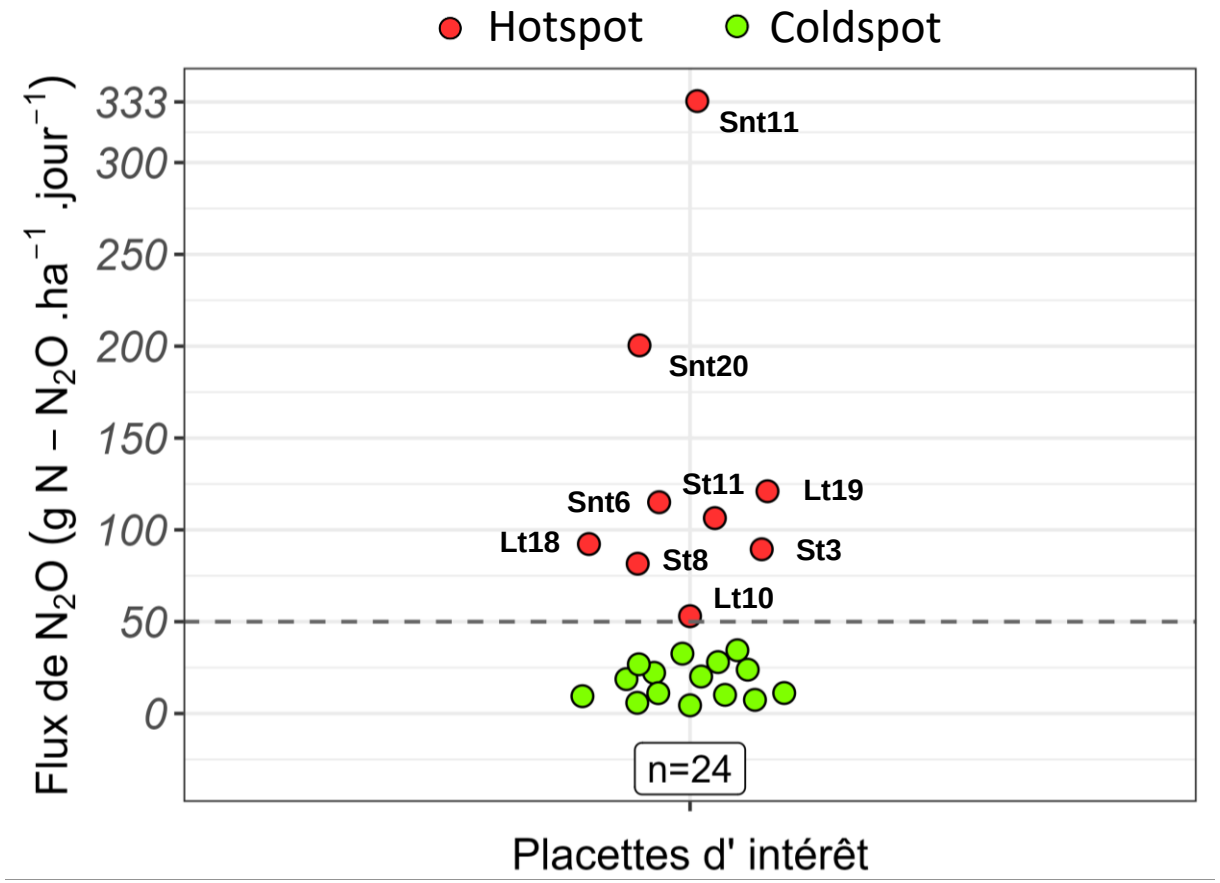
Émissions N_2O
(g $N\text{-}N_2O.ha^{-1}.jour^{-1}$)

- *> 200*
- *100 - 199*
- *80 - 99*
- *50 - 79*
- *20 - 49*
- *0 - 19*

⇨ Labour non-tassé : flux N_2O plus **faibles** que les autres modalités de travail du sol

Stratification de l'échantillonnage : matériels & méthodes





Dans **hotspots** & **coldspots**, échantillonnage de sol :

- *Mesure nombreux paramètres classiquement étudiés*
- *Mesure paramètres structure du sol*

Lien N_2O et paramètres classiquement étudiés : matériels & méthodes

Mesure à côté de chaque placette

T°C sol



Humidité massique



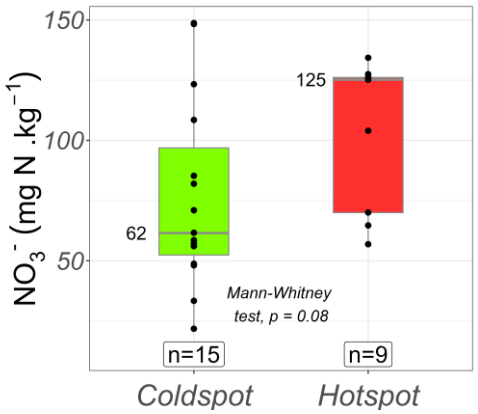


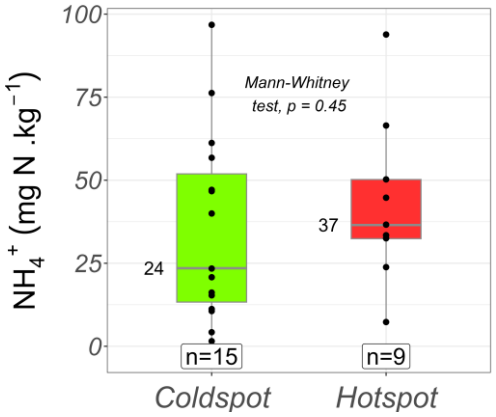
- *NO_3^-, NH_4^+ ;*
- *Carbone total, azote total, Matières organiques particulaires ;*
- *pH, texture*

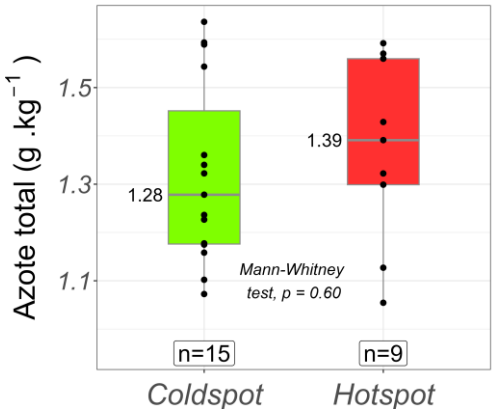
Mesures sur sol en vrac

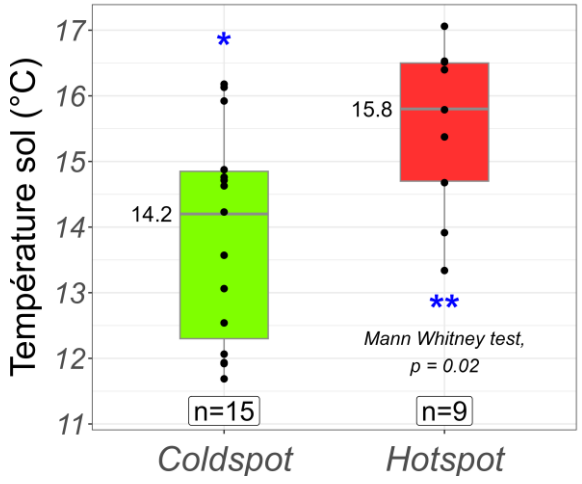


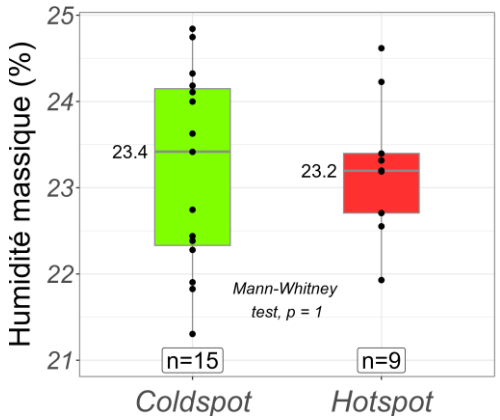
Lien N_2O et paramètres classiquement étudiés : comparaison coldspots & hotspots

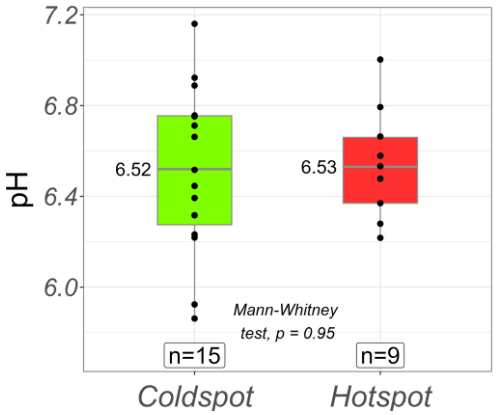


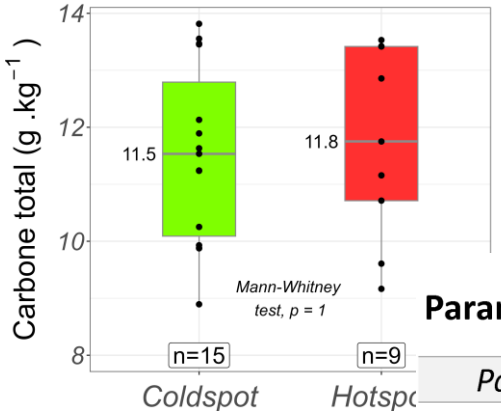


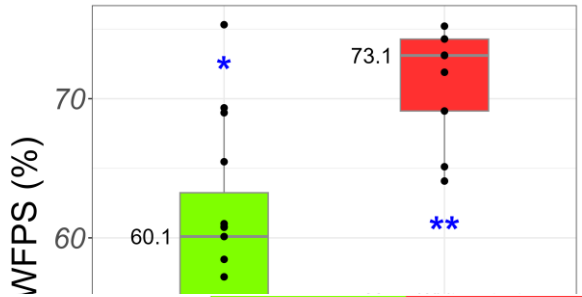








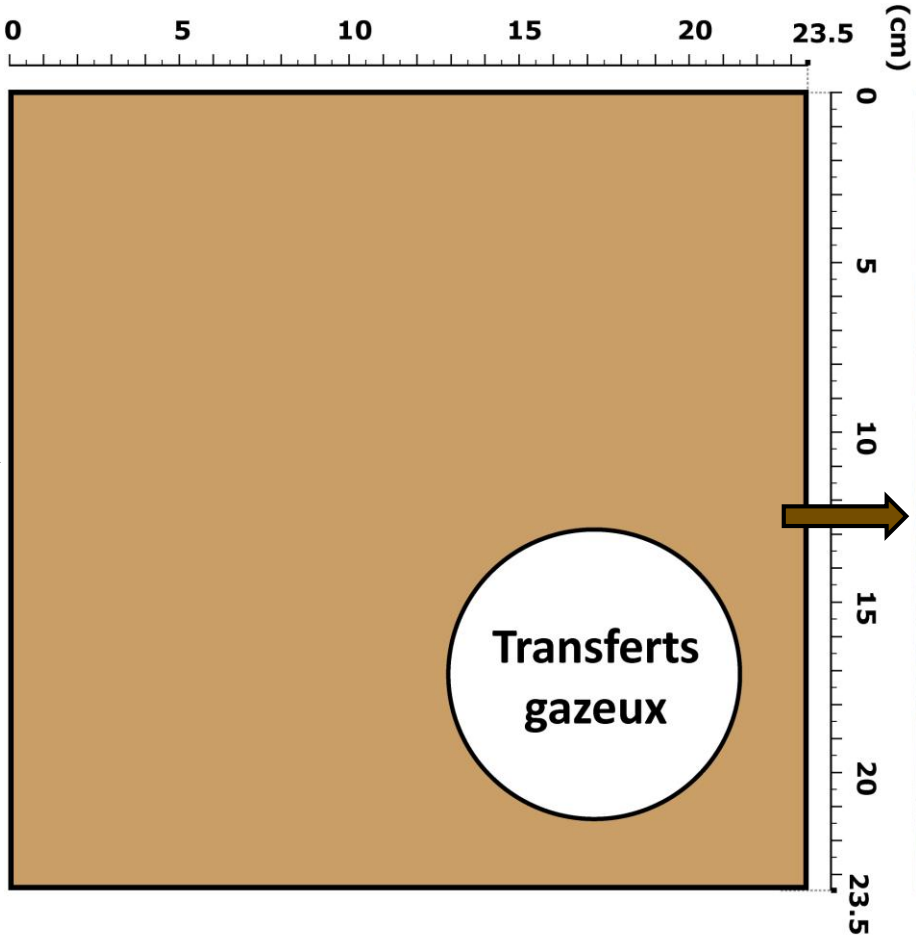




Paramètre considéré (n = 24)	Coldspot	Hotspot
Paramètres classiquement étudiés dans la littérature		
Température sol (°C)	-	+
WFPS (%)	-	+
Azote	(-)	(+)

Lien N_2O et paramètres fonctionnels : matériels & méthodes







Dans les 24 placettes d'intérêt (**hotspot** & **coldspot**), prélèvement cylindres et mesure :

- *Perméabilité à l'air*
- *Diffusivité relative*

Lien N_2O et paramètres fonctionnels : matériels & méthodes

À l'humidité de terrain, mesures sur les mêmes cylindres :

Perméabilité à l'air



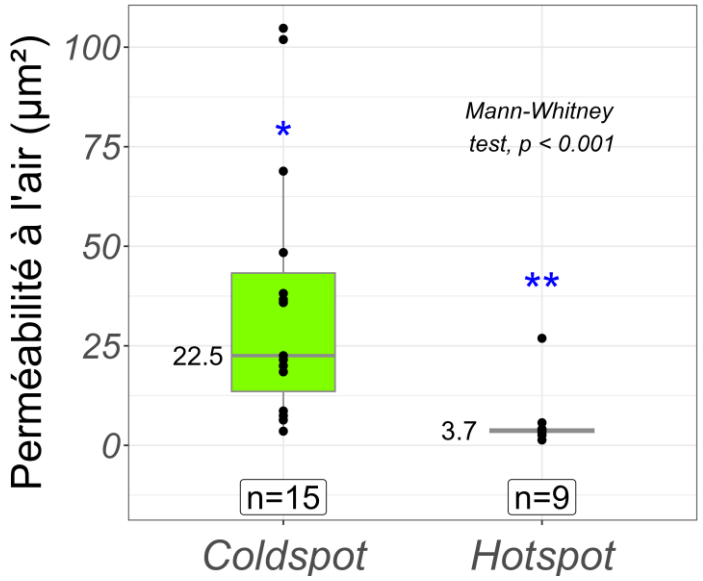
Diffusivité relative des gaz

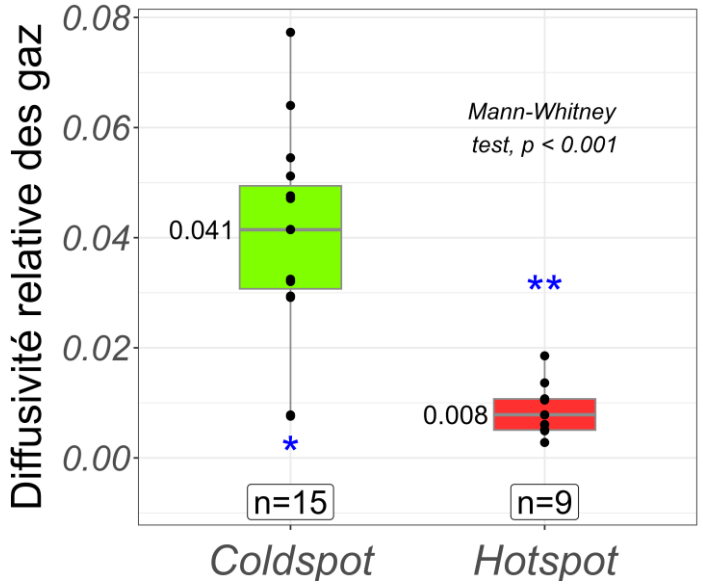


Agroscope

Partenariat avec Thomas Keller

Lien N_2O et paramètres fonctionnels : comparaison coldspots & hotspots

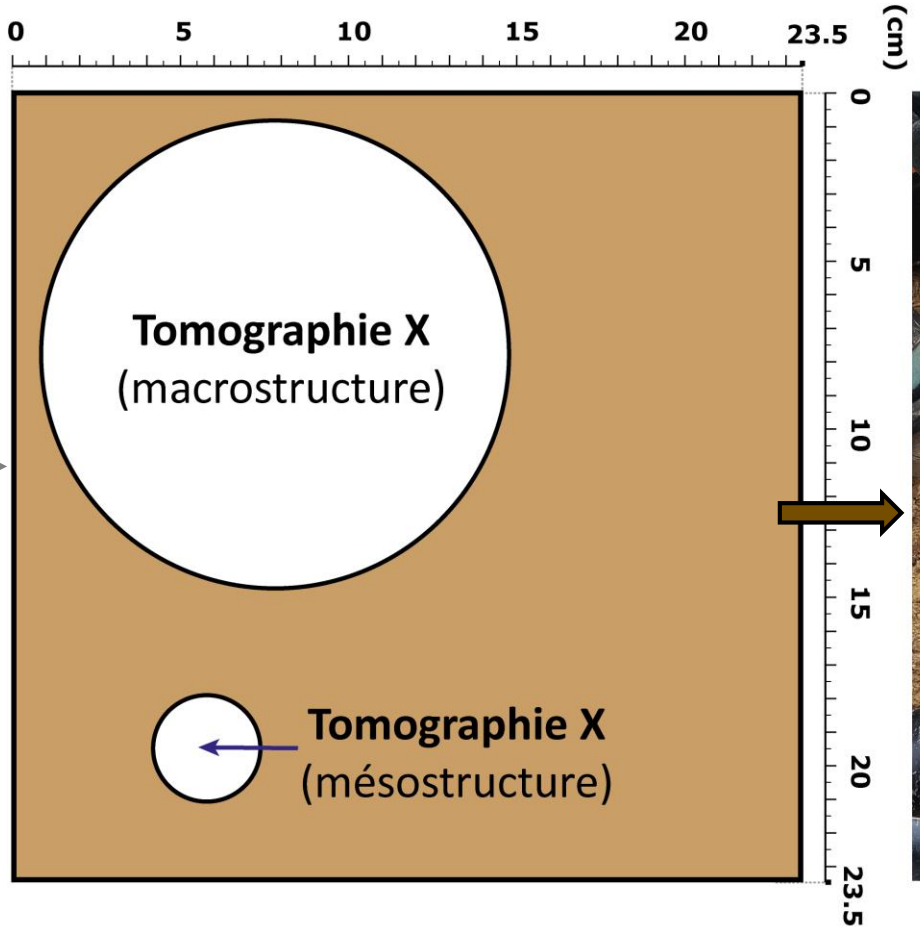




Paramètre considéré (n = 24)	**Coldspot**	**Hotspot**
Paramètres classiquement étudiés dans la littérature		
Température sol (°C)	-	+
WFPS (%)	-	+
Azote	(-)	(+)
*Paramètres **fonctionnels** : intégration de toutes les échelles d'étude*		
Diffusivité relative	+	-
Perméabilité à l'air (µm²)	+	-

Lien N_2O et paramètres géométriques : matériels & méthodes







Dans les 24 placettes d'intérêt (**hotspot** & **coldspot**), prélèvement cylindres et caractérisation :

- *Macrostructure*
- *Mésostructure*

Lien N_2O et paramètres géométriques : matériels & méthodes

Caractérisation **mésostructure** (30 – 75 µm)



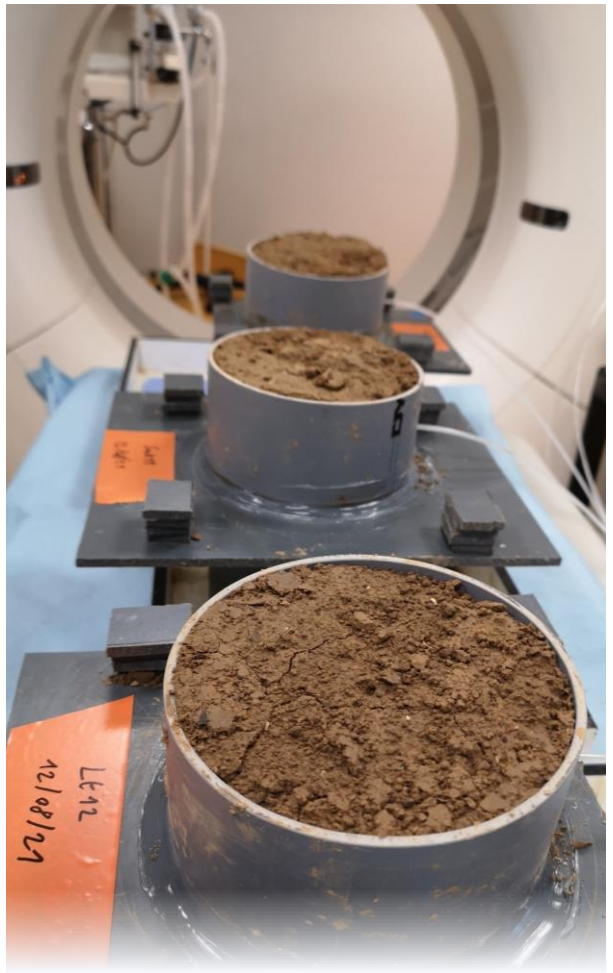
Résolution images 3D = 15 µm

Durée scan ≈ 3h30

Earth Sciences Institute of Orléans ISTO

Partenariat avec Laurent Arbaret et Philippe Penhoud

Caractérisation **macrostructure** (> 75 µm)



Résolution images 3D ≈ 290 µm

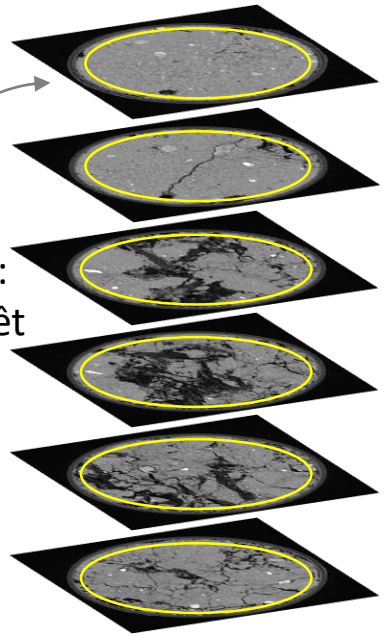
Durée scan ≈ 1 min

PIXANIM

Partenariat avec François Lecompte & Frédérique Helleboult

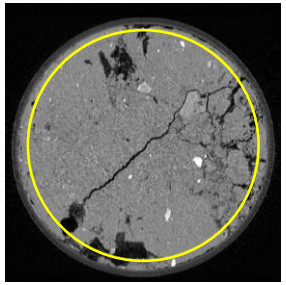
Lien N_2O et paramètres géométriques : matériels & méthodes

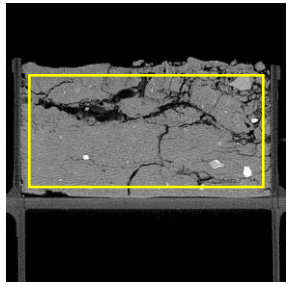
1) Prétraitements ⇨ 2) Débruitage ⇨ 3) Segmentation

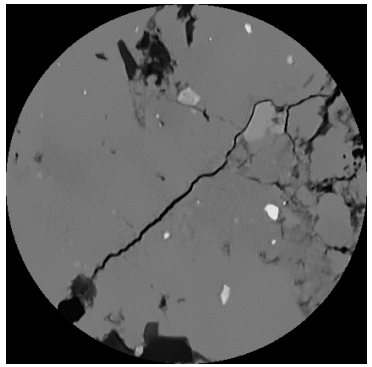


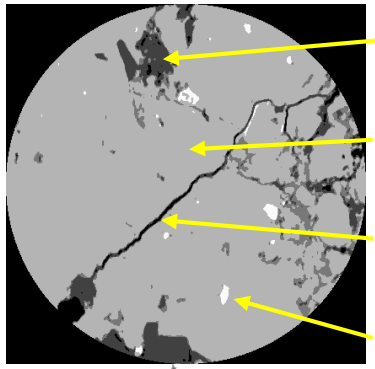
Cercle jaune : région d'intérêt

Cylindre Snt11







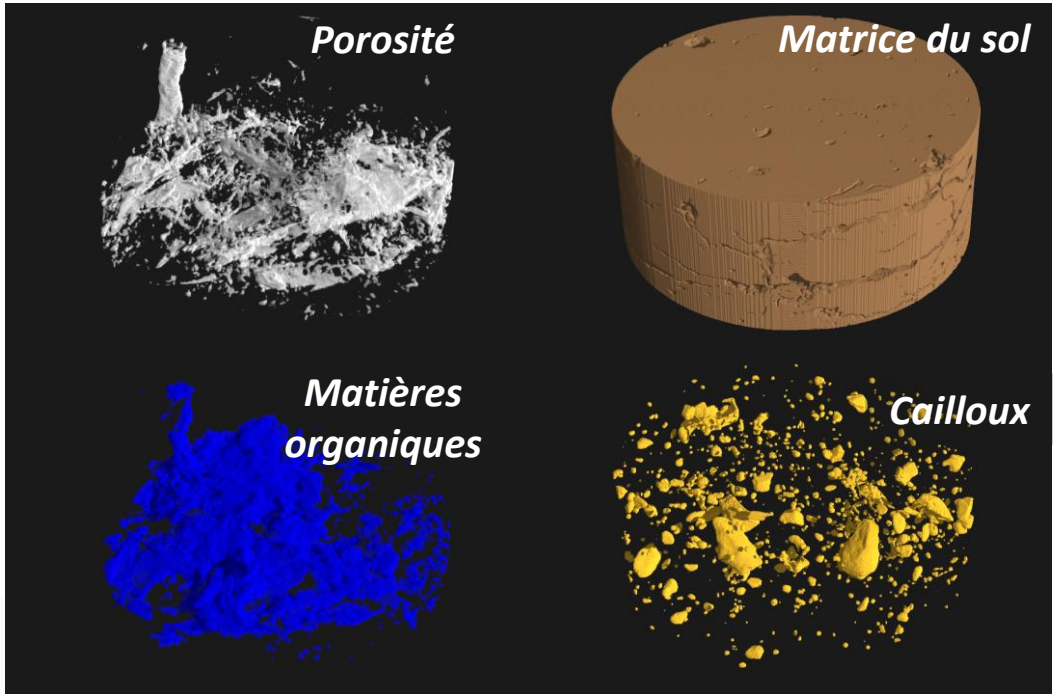


Matières organiques

Matrice sol

Porosité

Cailloux



⇨ Caractérisation qualitative & quantitative de l'espace **poreux**

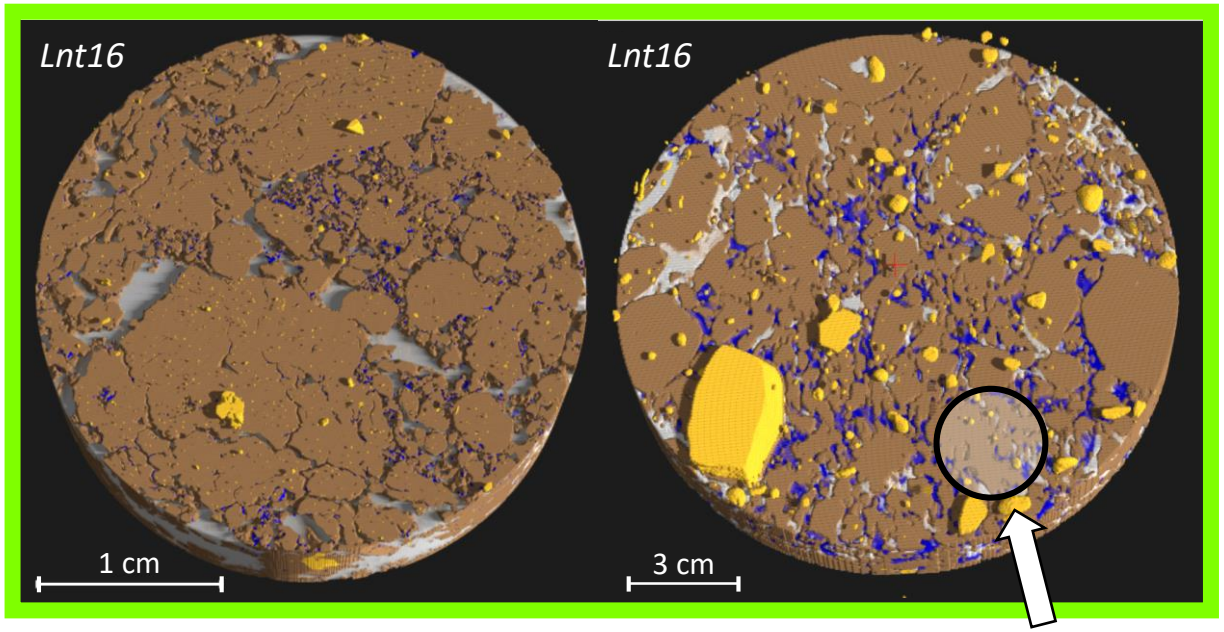
Lien N_2O et paramètres géométriques : description qualitative de la structure

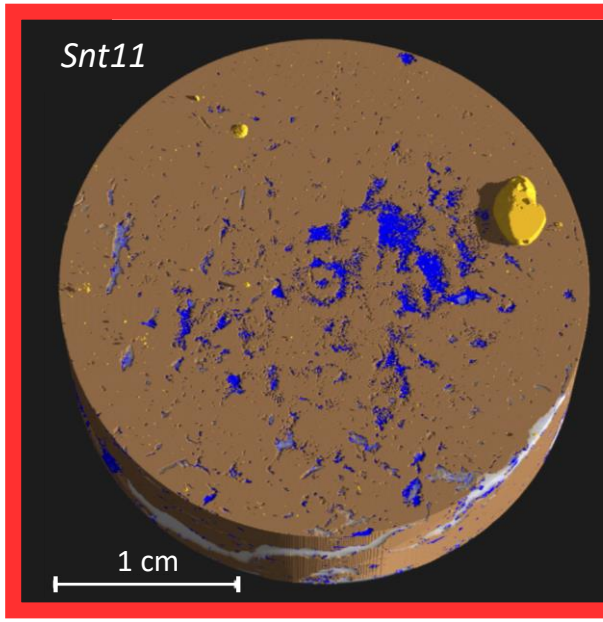
Résolution = 15 µm (ISTO)

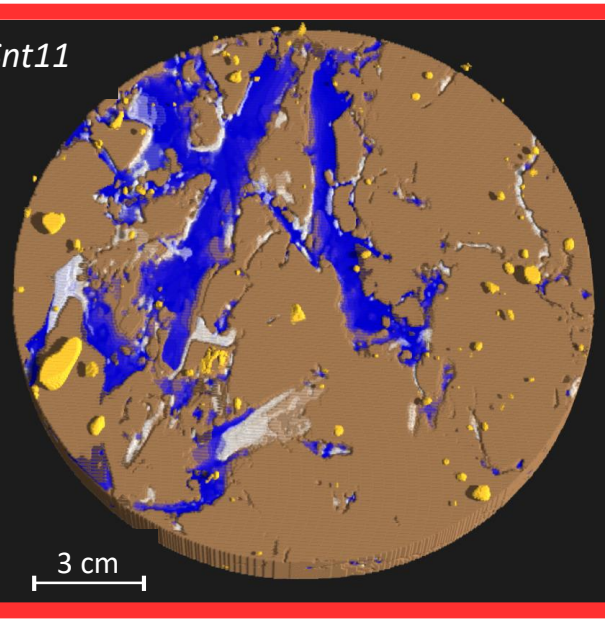
Résolution = 290 µm (PIXANIM)

Résolution = 15 µm (ISTO)

Résolution = 290 µm (PIXANIM)





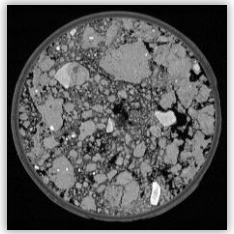


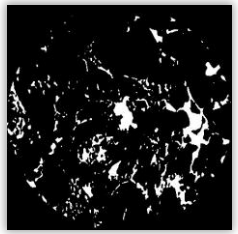
Coldspot

Diamètre cylindre ISTO

Hotspot

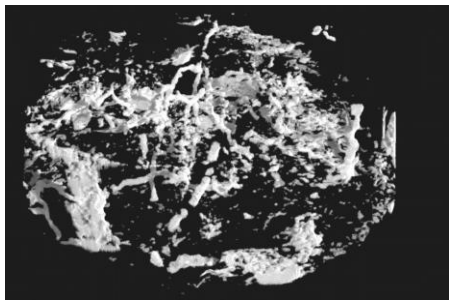
Lien N_2O et paramètres géométriques : matériels & méthodes





Calcul **indicateurs structuraux**

Porosité à l'air (%)



Surface spécifique ($m^2.m^{-3}$)

Somme de la surface d'échange de chaque pore (m^2) par rapport au volume total de la région d'intérêt (m^3)

Vogel et al. (2010)

Densité d'Euler (m^{-3})

*Nombre d'Euler calculé sur réseau poreux libre à l'air, normalisé par volume total du sol (m^3) : décrit la **connectivité** des pores.*

- *Euler négatif : porosité connectée*
- *Euler positif : porosité non-connectée*
- *Quand Euler augmente, la connectivité diminue*

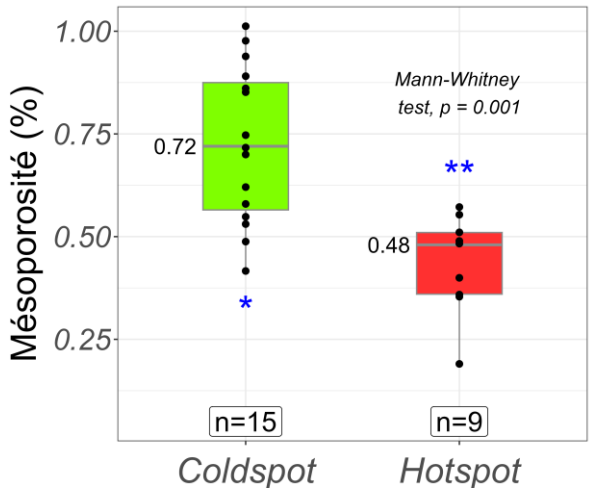
Vogel et al. (1997) ; Koestel et al. (2020)

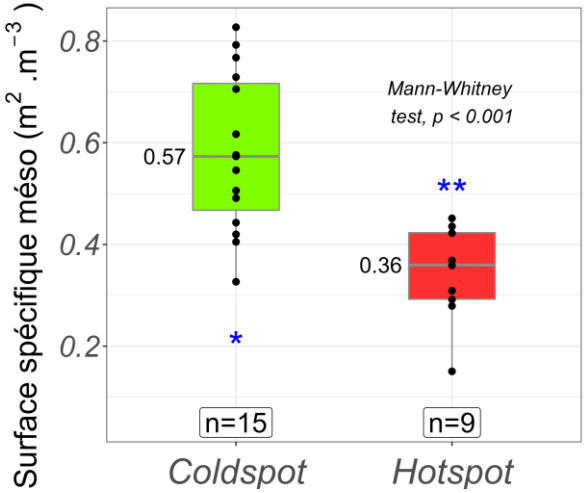
Indice *Id* $_{POM\ air}$ (µm)

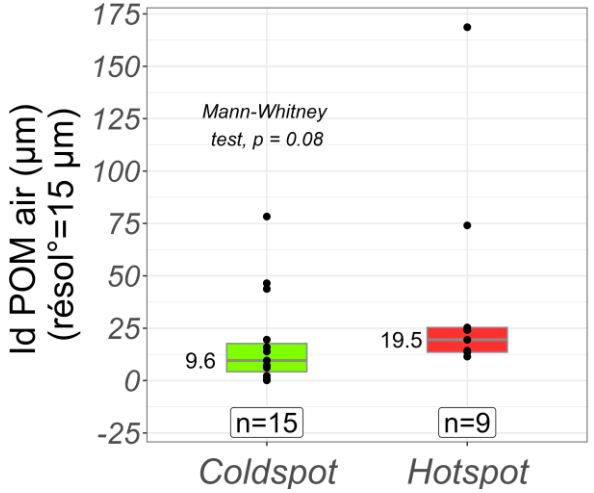
*Mesure de la valeur moyenne des distances géodésiques entre la surface des matières organiques & porosité remplie d'air la plus proche : renseigne sur aptitude du sol à la **dénitrification***

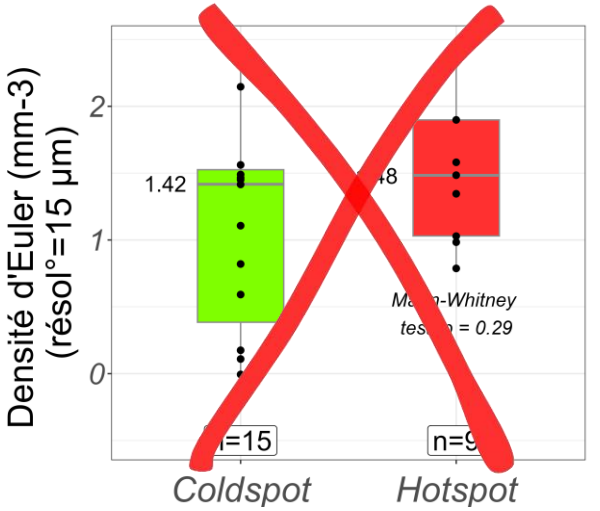
Ortega-Ramirez et al. (2023)

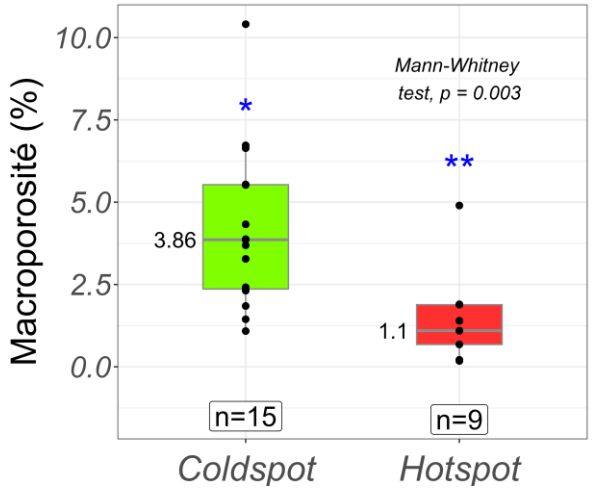
Lien N_2O et paramètres géométriques : comparaison coldspots & hotspots

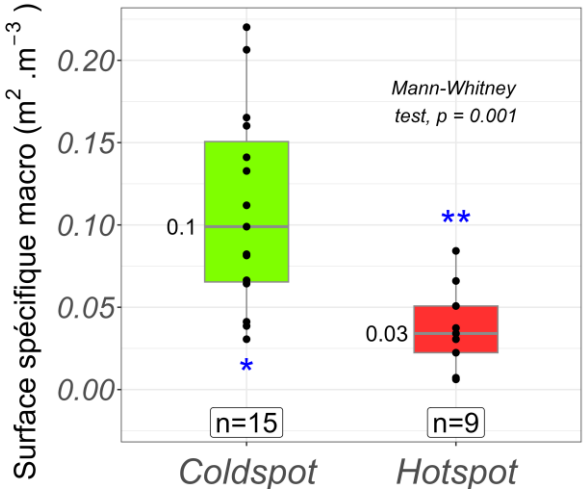


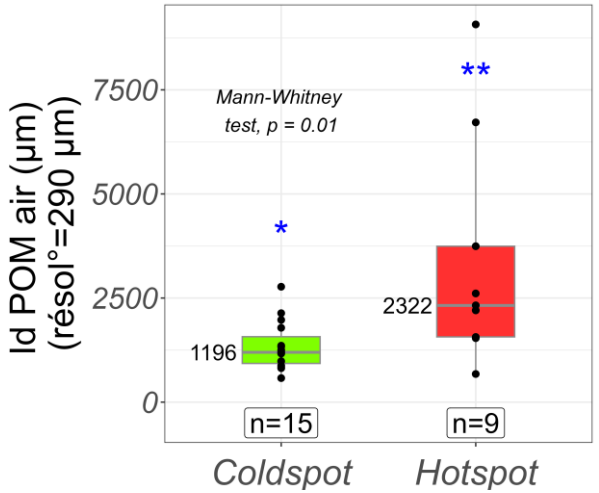


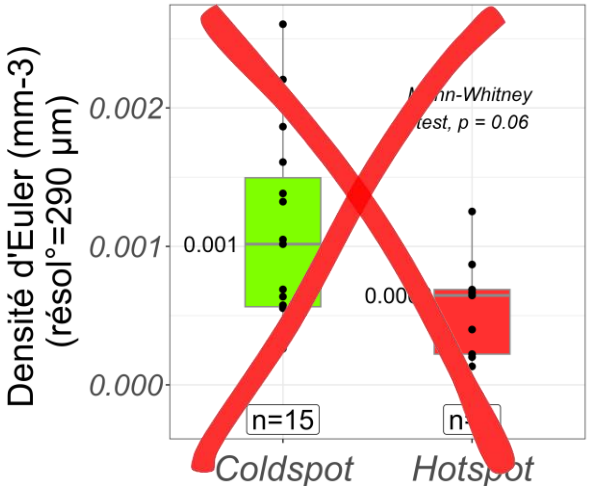






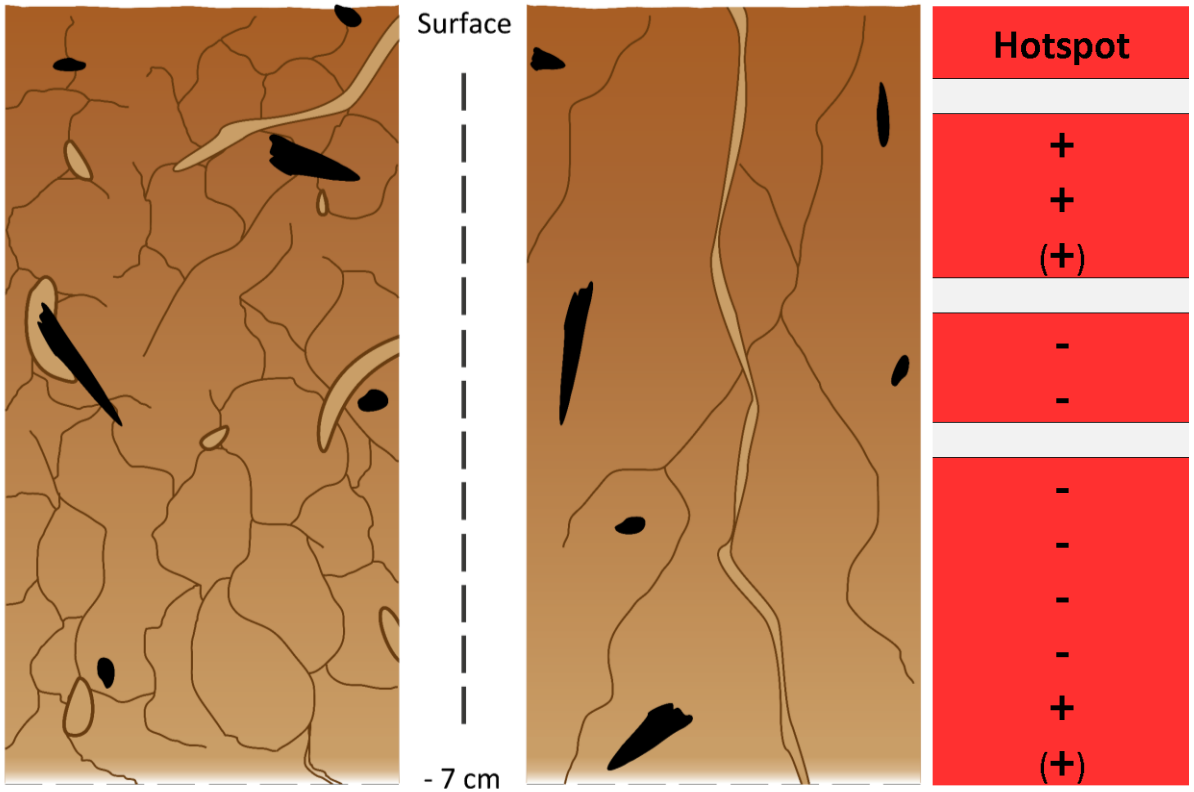


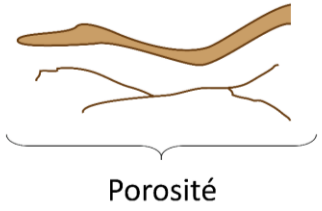




Lien N_2O et l'ensemble des facteurs étudiés : profils types (coldspot & hotspot)

Paramètre considéré (n = 24)	**Coldspot**	**Hotspot**
Paramètres classiquement étudiés dans la littérature		
Température sol (°C)	-	+
WFPS (%)	-	+
Azote	(-)	(+)
*Paramètres **fonctionnels***		
Diffusivité relative	+	-
Perméabilité à l'air (µm²)	+	-
*Paramètres **géométriques***		
Macroporosité (%)	+	-
Mésoporosité (%)	+	-
Surface spé° macro° ($m^2.m^{-3}$)	+	-
Surface spé° méso° ($m^2.m^{-3}$)	+	-
Id POM Air (µm ; résol° : 290 µm)	-	+
Id POM Air (µm ; résol° : 15 µm)	(-)	(+)




Porosité


Matières organiques particulaires

Détermination :

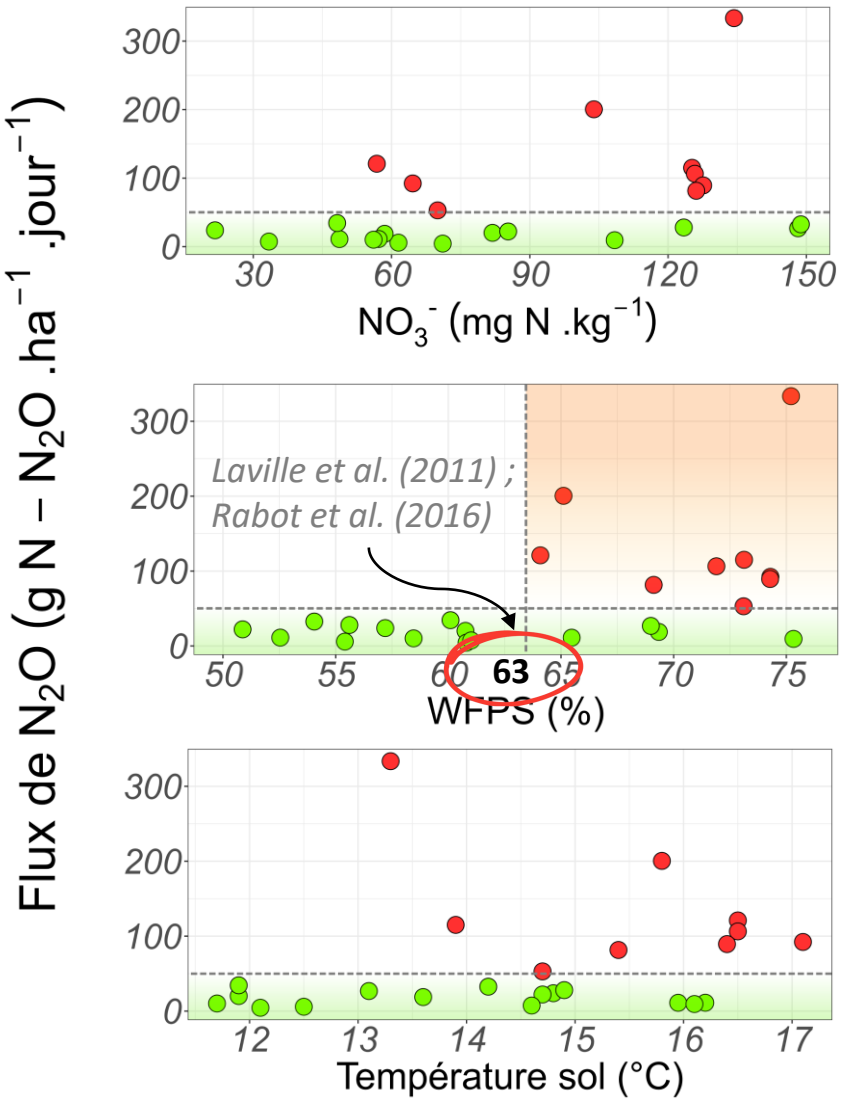
- ✓ Paramètres influençant émissions N_2O
- ✓ Sens de la relation hotspots & coldspots

Relations deux à deux ?

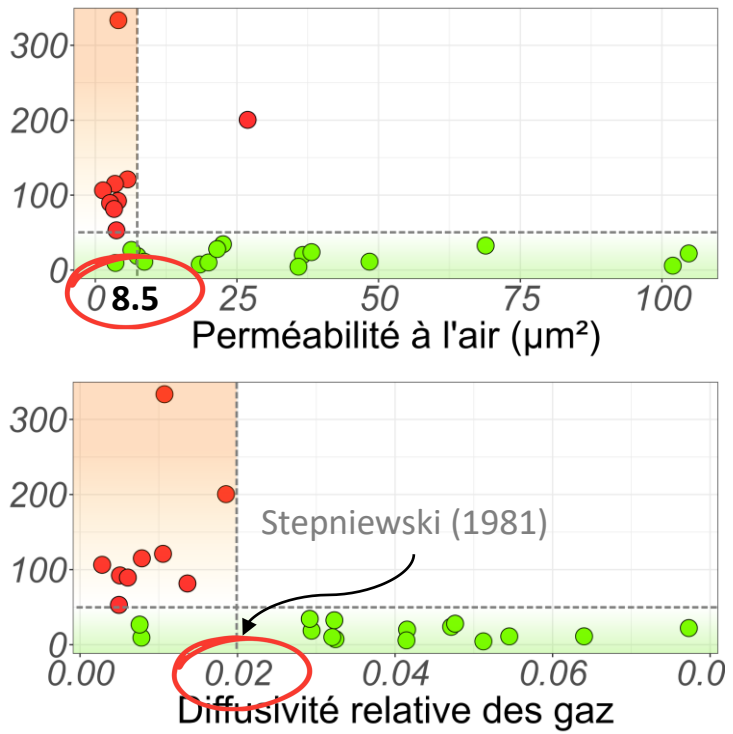
Lien N_2O et l'ensemble des facteurs étudiés : relations deux à deux

Coldspots Hotspots

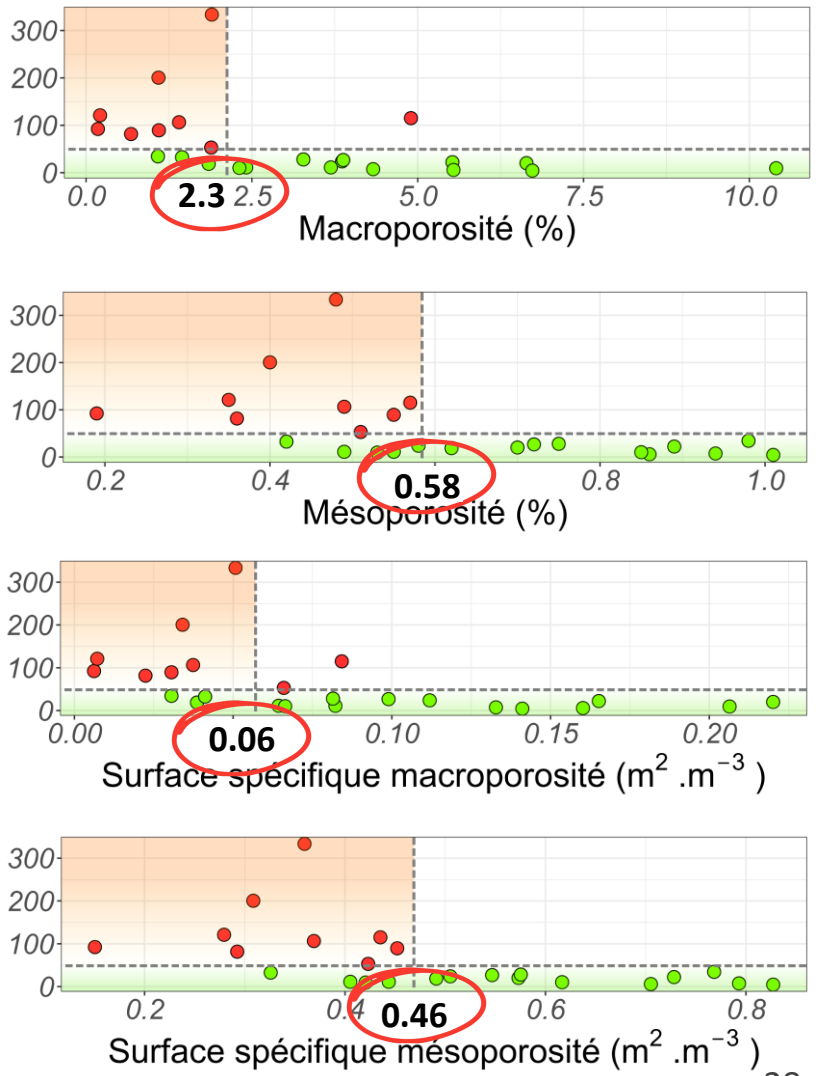
Paramètres classiquement étudiés



Paramètres fonctionnels



Paramètres géométriques

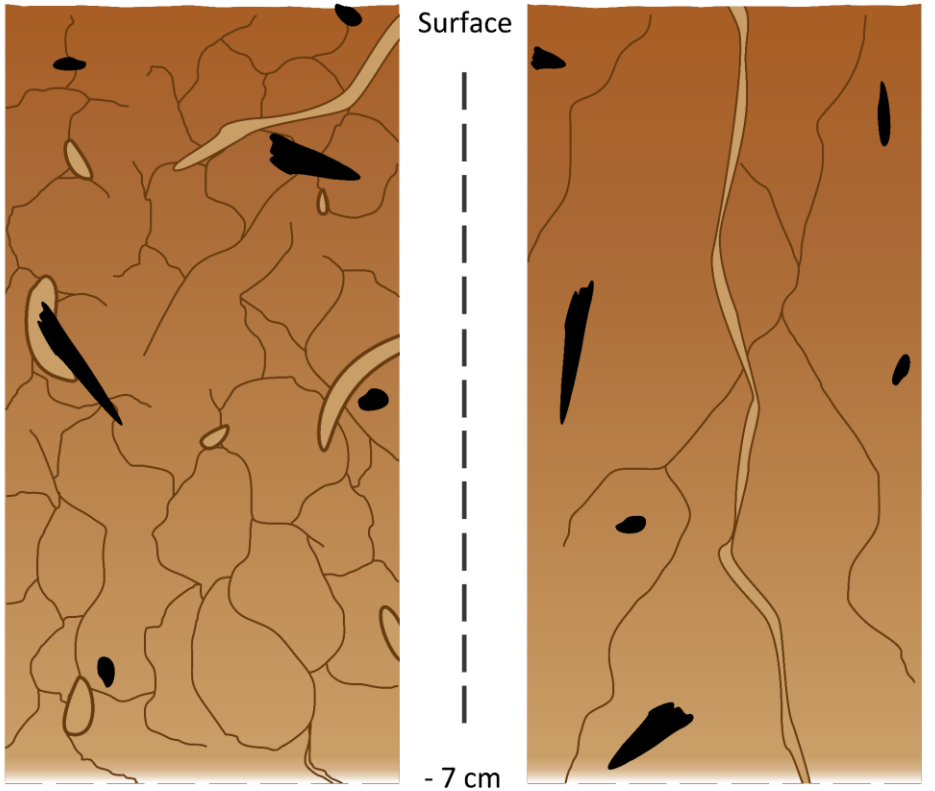


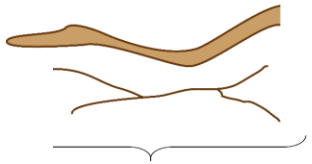
Lien N_2O et l'ensemble des facteurs étudiés : valeurs seuils

Coldspot — *Potentiellement moins favorable à la dénitrification*

Hotspot — *Potentiellement **plus favorable** à la dénitrification*

Paramètre considéré (n = 24)	**Coldspot**	**Hotspot**	**Valeur seuil observée**
Paramètres classiquement étudiés dans la littérature			
Température sol (°C)	-	+	/
WFPS (%)	-	+	> 63 %
Azote	(-)	(+)	/
*Paramètres **fonctionnels***			
Diffusivité relative	+	-	< 0.02
Perméabilité à l'air (µm²)	+	-	< 8.5 (µm²)
*Paramètres **géométriques***			
Macroporosité (%)	+	-	< 2.3 %
Mésoporosité (%)	+	-	< 0.58 %
Surface spé° macro° ($m^2.m^{-3}$)	+	-	< 0.06 ($m^2.m^{-3}$)
Surface spé° méso° ($m^2.m^{-3}$)	+	-	< 0.46 ($m^2.m^{-3}$)
Id POM Air (µm ; résol° : 290 µm)	-	+	/
Id POM Air (µm ; résol° : 15 µm)	(-)	(+)	/




Porosité


Matières organiques particulaires

Maillet et al. : article soumis à Geoderma

Hiérarchisation de l'influence de ces paramètres sur les émissions de N_2O

Lien N_2O et l'ensemble des facteurs étudiés : force des relations

Paramètre considéré (n = 24)	**Force de la relation avec flux de N_2O** *(Rho de Spearman)*	**Coût global**
Macroporosité (%)	*-0.69*	+++
Surface spécifique macrostructure ($m^2.m^{-3}$)	*-0.69*	++++
Surface spécifique mésostructure ($m^2.m^{-3}$)	*-0.67*	++++
Mésoporosité (%)	*-0.66*	+++
Diffusivité relative	*-0.60*	+
Id POM Air (µm ; résolution : 290 µm)	*0.56*	++++
Perméabilité à l'air (μm^2)	*-0.48*	+
NO_3^- (mg $N.kg^{-1}$)	*0.44*	+
WFPS (%)	*0.43*	+
Température sol (°C)	*0.38*	+
Id POM Air (µm ; résolution : 15 µm)	*0.33*	++++
POM ($g.kg^{-1}$)	*0.30*	+

Synthèse



*« Dans quelle mesure la **structure du sol,** à toutes les échelles, contrôle-t-elle la variabilité des émissions de N_2O ? »*
« La caractérisation de la structure du sol permet-elle d'affiner la compréhension du déterminisme des émissions de N_2O ? »

- La structure du sol **contrôle** en partie les émissions de N_2O ;
  Paramètres structuraux semblent plus informatifs que d'autres paramètres classiquement utilisés

- Structure du sol étudiée aux deux échelles : résultats cohérents (excepté densité d'Euler), possibilité de ne s'intéresser qu'à une seule échelle d'étude (macrostructure)

- Proposition de **valeurs seuils**, pour certains indicateurs structuraux, au-delà desquelles le sol agit comme hotspot

- Paramètres fonctionnels de la structure : semblent tout aussi informatifs que paramètres géométriques, et se mesurent plus **facilement** et **rapidement**

Perspectives

- **Alimentation bases de données existantes** avec les données de terrain acquises (*Donesol concernant les paramètres classiquement étudiés, Pepsoil pour les propriétés physiques, ImageSoil concernant les images 3D obtenues par tomographie X*)

- **Vérification** et **précision** des valeurs seuils proposées relatives à la structure du sol, en menant d'autres études sur la variabilité spatiale du N_2O :
  ⇨ Implémentation des valeurs seuils dans des modèles de prédiction du N_2O
  Par exemple le modèle NOE, implémenté sous Vsoil
  ⇨ Précision du processus microbien présumé (dénitrification ?)
  Par exemple par mesure de l'abondance isotopique du N_2O

- **Diffusivité relative des gaz** semble être un paramètre explicatif pertinent, car :
  ⇨ Décrit la propension de l'oxygène à diffuser dans le sol (facteur de contrôle fondamental du type de respiration microbienne)
  ⇨ Intègre la structure du sol (masse vol°, connectivité, tortuosité) et la **distribution de l'eau dans le sol**

Perspectives

« Est-ce que la caractérisation fine de la distribution de l'eau dans le sol, en lien avec la structure, permet d'affiner la compréhension du déterminisme des émissions de N_2O ? »

⇨ **Limite** tomographie X : ne permet pas de visualiser précisément l'eau du sol



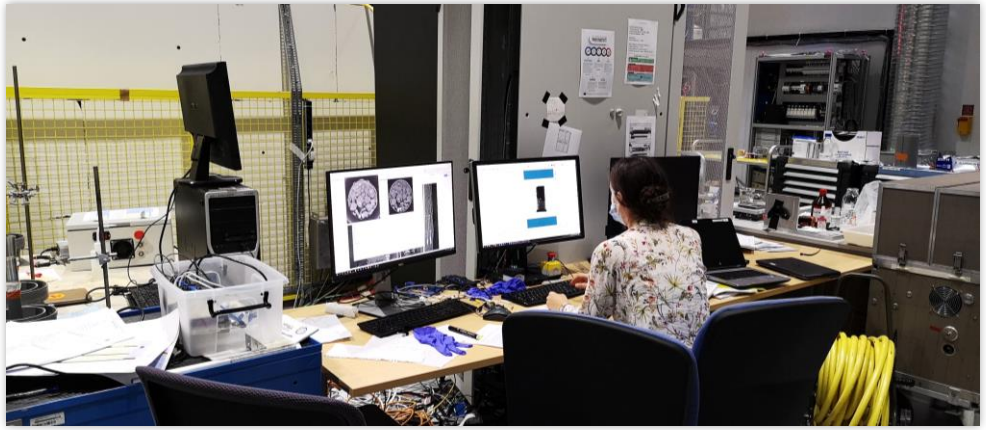
NEUTRONS FOR SOCIETY

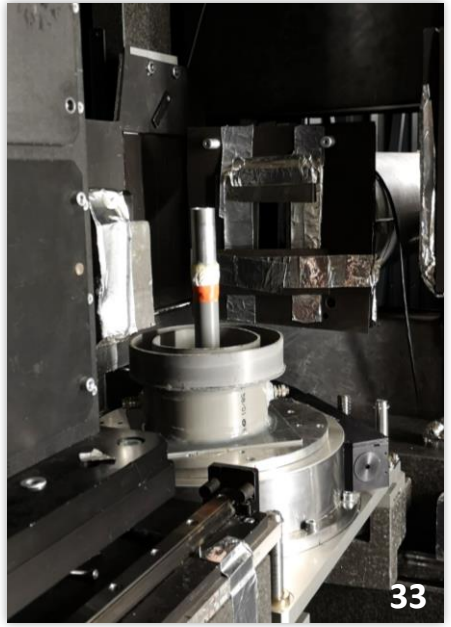
Possible de caractériser la **distribution de l'eau dans le sol** par tomographie à neutrons (les neutrons réagissent avec hydrogène)

ILL = réacteur nucléaire dédié à l'expérimentation scientifique (source de **neutrons**)

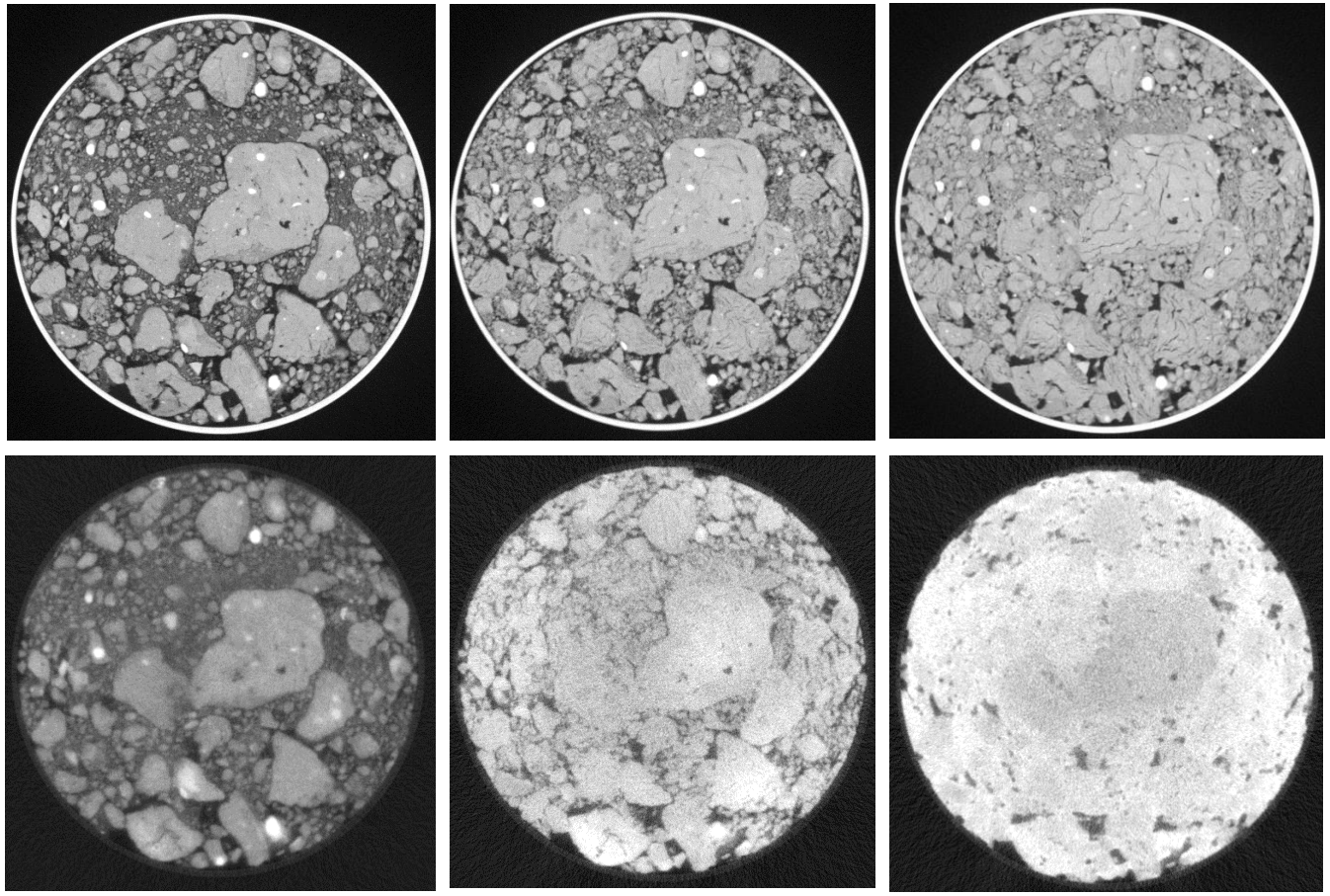
Expérimentation de faisabilité







Perspectives



Tomographie simultanée : soustraction des deux images et **visualisation précise de l'eau**

⇨ Technique **prometteuse** pour préciser l'influence conjointe de la structure du sol et de la distribution de l'eau du sol sur la dynamique des émissions de N_2O

À toutes les personnes impliquées de près ou de loin dans le projet : un grand Merci !



Remerciements :

Agroscope PIXANIM ISTO Earth Sciences Institute of Orléans Laboratoire d'Analyses des Sols d'Arras SADEF Agronomie et Environnement afes Association Française pour l'étude du sol Région Centre-Val de Loire LABEX VOLTAIRE

Calcul Volume Élémentaire Représentatif (REV)

« Volume minimum d'un échantillon de sol à partir duquel un paramètre donné devient indépendant de la taille de l'échantillon »

Al-Raoush & Papadopoulos (2010)

$$Déviation\ relative\ (\%) = \left(\frac{X_i - X_v}{X_v}\right) \times 100$$

Xv : paramètre (exemple : porosité) calculé sur le volume total de la région d'intérêt
Xi : paramètre calculé sur un sous-volume

REV : défini si déviation relative ≤ 10 %

Borges et al. (2018)

REV :

- Propre aux caractéristiques physiques de chaque média poreux (dont les sols)
- Potentiellement **différent** entre chaque indicateur structural calculé. Exemples :
  - Porosité : *REV de quelques mm³* *Al-Raoush & Papadopoulos (2010)*
  - Distribution taille pores : *REV 2-3 fois plus grand que REV porosité*
  - Tortuosité : *REV 3-15 fois plus grand que REV porosité* *Wu et al. (2018)*

Borges et al. (2018)

Exemple : choix d'un sous-volume

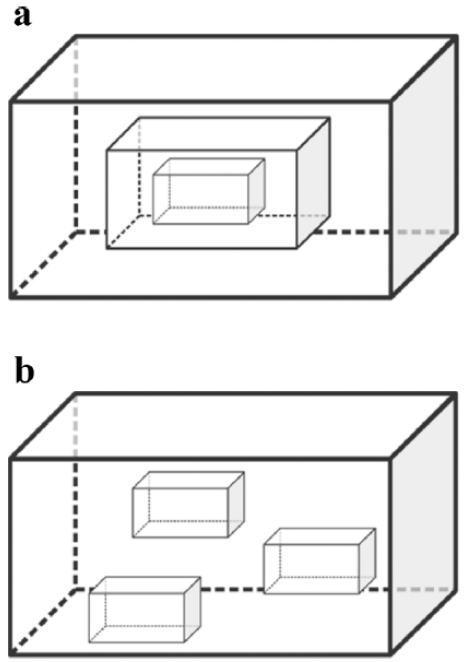
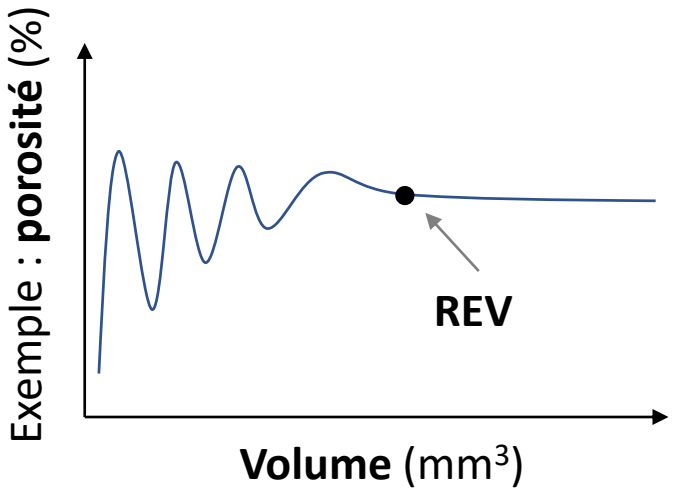


Fig. 1. Subvolume (SV) selection schemes. (a) Centered and (b) Random.



Calcul flux de N_2O : comparaison entre modèle de régression linéaire et exponentiel

- **71 %** des 80 accumulations sont **linéaires** (les autres : fuites potentielles)

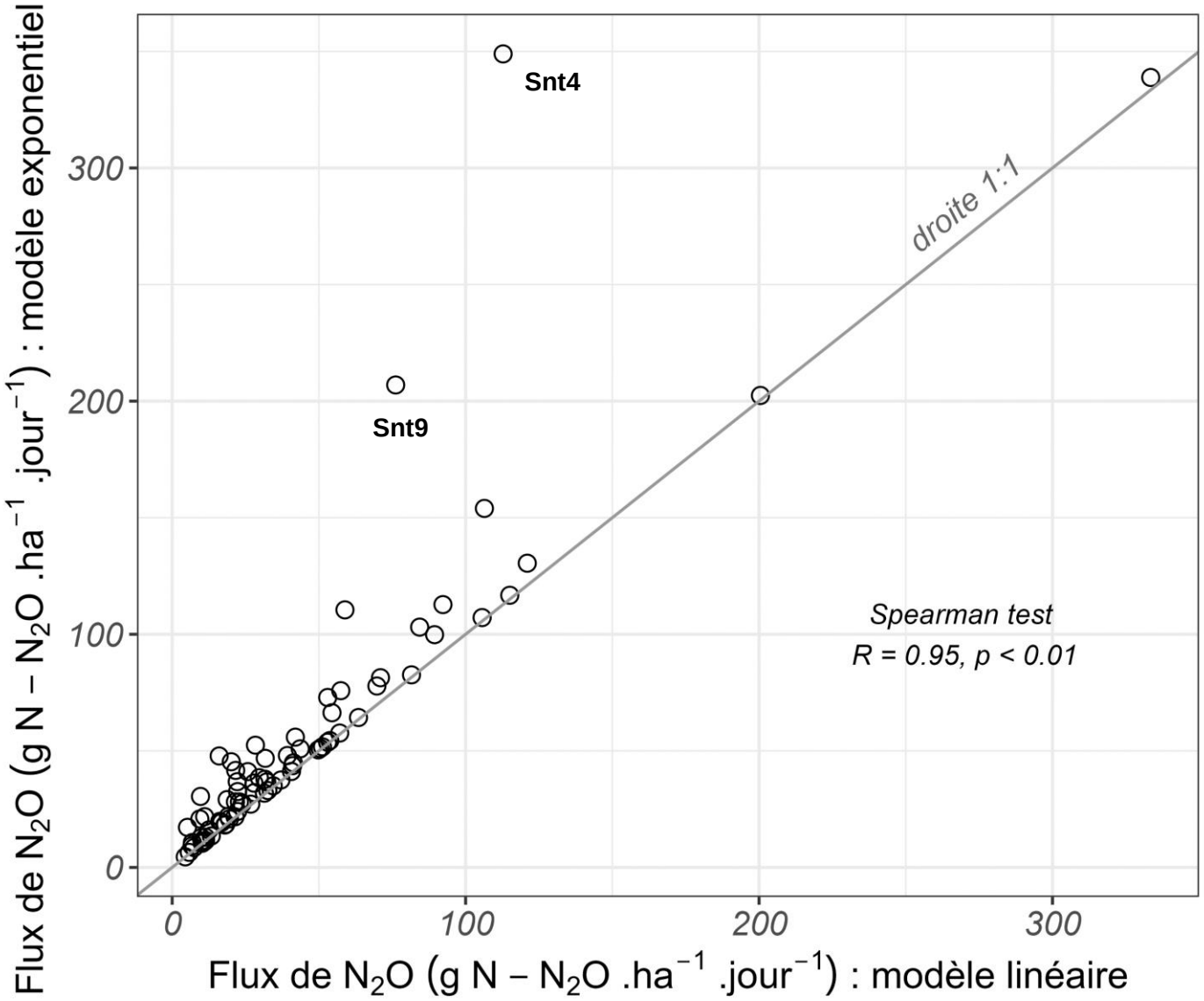
- Marge d'erreur entre les deux méthodes de régression : pouvant aller jusqu'à 60 %

Cowan et al. (2014)

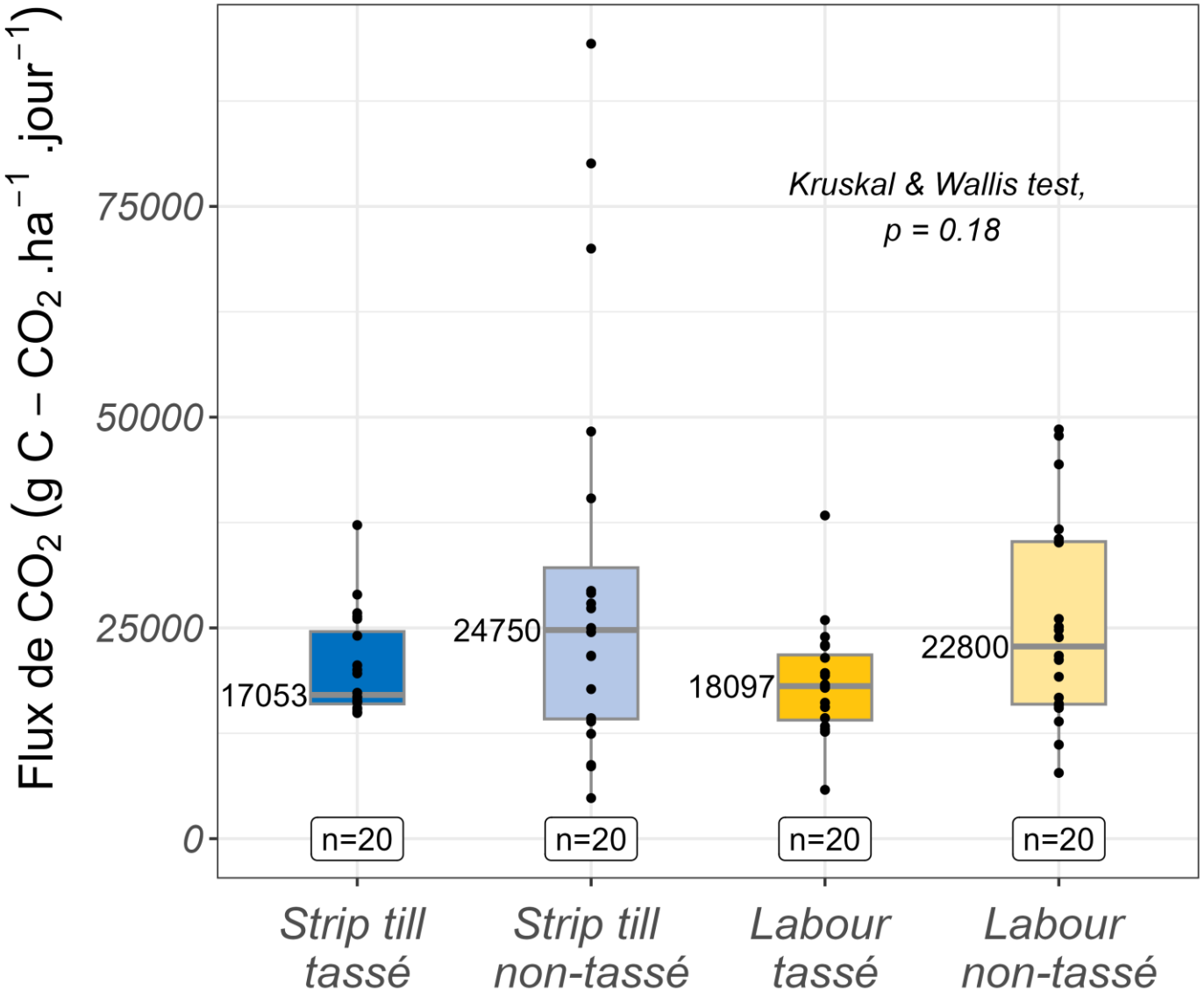
⇨ Dans cette étude, **parfois plus**

- Mais variabilité des flux de N_2O observés **beaucoup plus élevée** (2 ordres de grandeur) que l'incertitude due au choix du modèle linéaire

- Utilisation modèle de régression linéaire (suppression 1ère minute d'accumulation) : **bonne répétabilité** du calcul



Flux de CO_2 mesurés sur le terrain



Émile MAILLET

Exploration des relations entre la structure d'un sol cultivé, étudiée à deux échelles, et les émissions de protoxyde d'azote (N_2O)

Résumé :

Le protoxyde d'azote (N_2O) est un puissant gaz à effet de serre. Plus de 50 % des émissions anthropiques de N_2O à l'échelle mondiale proviennent des sols cultivés, le premier facteur identifié étant la fertilisation azotée. Le N_2O est principalement généré lors des réactions d'oxydo-réduction induites par les communautés microbiennes du sol. La structure du sol constitue le cadre physique des processus biogéochimiques à l'origine des émissions, et contrôle également les transferts de fluides dans le sol (eau, oxygène, N_2O). L'objectif de la thèse est de déterminer dans quelle mesure la structure d'un sol cultivé, étudiée à deux échelles, contrôle les flux de N_2O.

Deux expérimentations ont été menées. La première avait pour objectif d'étudier l'influence conjointe de la structure du sol et de certains facteurs proximaux sur des émissions de N_2O mesurées sur une parcelle cultivée. Cette étude a été réalisée au sein d'un même contexte pédoclimatique, durant un pic d'émissions de N_2O après fertilisation, au début de l'implantation d'une culture de maïs. Les émissions de N_2O ont été mesurées à l'aide d'une chambre atmosphérique dynamique (fast-box) au cours d'une campagne synchronique sur quatre modalités de travail du sol (*labour non-tassé, labour tassé, strip till non-tassé, strip till tassé*). Des cylindres de sol intacts et du sol en vrac ont été prélevés sur 24 placettes dont les émissions ont été identifiées comme étant respectivement faibles et fortes. La structure du sol a été caractérisée quantitativement par tomographie X à l'échelle de la méso et de la macrostructure, et de manière indirecte grâce à la mesure de paramètres de transfert gazeux. Il apparaît que la structure du sol présente de nettes différences entre les placettes à émissions faibles et fortes, au même titre que certains facteurs proximaux comme la température du sol et la concentration en nitrates. La structure du sol semble par conséquent avoir exercé un important contrôle sur la variabilité intraparcellaire des émissions de N_2O ; les indicateurs structuraux calculés par imagerie et les paramètres de transferts gazeux semblent être de bons descripteurs des flux de N_2O observés. Néanmoins, les paramètres de transfert gazeux (perméabilité à l'air et diffusivité relative) présentent l'avantage d'être faciles à mesurer sur un temps court, tandis que les indicateurs acquis par imagerie nécessitent une phase de traitement potentiellement longue.

La deuxième expérimentation a été menée en laboratoire. L'objectif était d'étudier le contrôle de la macrostructure du sol sur les émissions de N_2O, après un apport d'eau fertilisée simulant une pluie. Cette étude a été réalisée sur les mêmes cylindres de sol que ceux prélevés sur le terrain. De façon inattendue, la relation entre les émissions de N_2O et les indicateurs structuraux s'est avérée moins claire que concernant l'expérimentation sur le terrain. Cependant, des émissions de N_2O élevées ont été observées lorsque certains indicateurs structuraux présentaient de faibles valeurs : cela est cohérent avec les conditions de faibles pressions partielles en oxygène nécessaires à la mise en place de la dénitrification. Des valeurs seuils de paramètres structuraux en dessous desquelles les flux de N_2O étaient élevés ont été identifiées, et sont cohérentes entre les deux expérimentations (terrain et laboratoire). En conclusion, l'étude du contrôle exercé par la structure du sol sur les flux de N_2O paraît prometteuse pour de futures recherches visant à affiner la compréhension globale du déterminisme des émissions, et particulièrement l'étude de paramètres proxys de la structure tels que la diffusivité relative. Ce paramètre présente l'avantage de traduire directement la propension de l'O_2 à se diffuser dans le sol, contrôlant de fait la dénitrification et donc l'intensité des émissions de N_2O.

Mots clés : structure du sol, N_2O, tomographie à rayons X, transferts gazeux, pratiques agricoles, expérimentation

Exploring relationships between the structure of a cultivated soil, studied at two scales, and nitrous oxide emissions (N_2O)

Abstract:

Nitrous oxide (N_2O) is a powerful greenhouse gas. More than 50 % of anthropogenic N_2O emissions worldwide come from cropped soils, the main factor being nitrogen fertilization. N_2O is mainly generated by redox reactions induced by soil microbial communities. Soil structure is the physical frame of these biogeochemical processes. It also plays a role in water, N_2O and oxygen transfer.

The aim of the thesis is therefore to determine to what extent the structure of a cropped soil, studied at two scales, controls N_2O emissions. Two experiments were conducted. The first one assessed the role of soil structure along with other ecological variables on field N_2O emissions. N_2O emissions were measured with a fast-box on four different soil management modalities of a maize field during an N_2O emission peak following fertilization. Soil cylinders and bulk soil were taken from 24 plots identified as low and high in N_2O emissions respectively. Soil structure was characterized quantitatively by CT scan at meso and macrostructure scales, and indirectly by soil structure proxies such as gas transfer parameters. Soil structure in low and high emission plots showed clear differences, as do proximal factors such as soil temperature and nitrate concentration. Soil structure therefore appears to have played an important role in the variability of N_2O emissions at plot level. Structural indicators calculated by X-ray tomography and gas transfer parameters were also good descriptors of the observed N_2O fluxes. Nevertheless, the gas transfer parameters have the advantage of being easily measured over a short period of time, whereas the indicators acquired by imaging require a processing phase that can be time consuming.

The second experiment, made in controlled conditions, assessed the role of soil macrostructure on N_2O emissions after water input simulating a rain event. It was made in laboratory on the field cylinders, with fertilization. Unexpectedly, the relation between N_2O emissions and soil structural parameters were less good than for field study. However, high emissions were also linked to low structural parameters: denitrification is favored by anoxia created by low fluid transfers. Consistent threshold values for the structural parameters were identified for both experiments, below which the observed N_2O fluxes were high. In conclusion, the study of the influence of soil structure on N_2O fluxes appears promising for future research to enhance our overall understanding of N_2O emissions, and particularly the study of structural proxies such as relative gas diffusivity. This parameter is easily measured, and has the benefit of directly translating the ability of O_2 to diffuse into the soil, thereby controlling the denitrification process and therefore the level of N_2O emissions.

Keywords: soil structure, N_2O, CT scan, gas transfer, agricultural management, experiment

Laboratoire d'Analyses des Sols d'Arras
SADEF Agronomie et Environnement

INRAE UR Info&Sols
2163 Avenue de la Pomme de Pin
45 075 ORLÉANS
France

Agroscope
ISTO Earth Sciences Institute of Orléans
PIXANIM